MINISTRATION DES MINES — BESTUUR VAN HET MIJNWEZEN

Annales des Mines

DE BELGIQUE



Annalen der Mijnen

VAN BELGIE

Direction - Rédaction :
STITUT NATIONAL DES
DUSTRIES EXTRACTIVES

Directie - Redactie :
NATIONAAL INSTITUUT VOOR
DE EXTRACTIEBEDRIJVEN

4000 LIEGE, 200 rue du Chéra — Tél. (041) 52 71 50

Renseignements statistiques. - Statistische inlichtingen. — M. Neuray, W. De Craecker et J. Stevens : Prélèvement, récupération et analyse de polluants organiques dans l'air. — J. Medaets : Statistique sommaire 1975. - Beknopte statistiek 1975. — INIEX : Revue de la littérature technique. — Bibliographie.

AI 1976 Mensuel — N° 5 — Maandelijks MEI 1976

ADMINISTRATION DES MINES — BESTUUR VAN HET MIJNWEZEN

Annales des Mines

DE BELGIQUE



Annalen der Mijnen

VAN BELGIE

Direction - Rédaction :

INSTITUT NATIONAL DES INDUSTRIES EXTRACTIVES

Directie - Redactie :

NATIONAAL INSTITUUT VOOR DE EXTRACTIEBEDRIJVEN

4000 LIEGE, 200 rue du Chéra — Tél. (041) 52 71 50

MAI 1976 Mensuel — N° 5 — Maandelijks **MEI 1976**

ANNALES DES MINES
DE BELGIQUE

n° 5 — mai 1976

ANNALEN DER MIJNEN
VAN BELGIE

nr. 5 — mei 1976

Direction-Rédaction :
INSTITUT NATIONAL DES INDUSTRIES EXTRACTIVES

Directie-Redactie :
NATIONAAL INSTITUUT VOOR DE EXTRACTIEBEDRIJVEN

4000 LIEGE, 200, rue du Chéra — TEL. (041) 52 71 50

Sommaire - Inhoud

* La version néerlandaise de cet article paraîtra ultérieurement.

EDITION - ABONNEMENTS - PUBLICITE - UITGEVERIJ - ABONNEMENTEN - ADVERTENTIES

1050 BRUXELLES • EDITIONS TECHNIQUES ET SCIENTIFIQUES • 1050 BRUSSEL

Rue Borrens, 35-43 - Borrensstraat — TEL. 640 10 40

Dépôt légal : D/1976/0168

Wettelijk Depot : D/1976/0168

BASSINS MINIERS / MIJNBEKKENS — Périodes / Perioden	Production nette / Netto produktie t	Consomm. propre et Fournit. au pers. / Eigen verbr. en levering aan het pers.	Stocks / Voorraden t	Jours ouvrés / Gewerkte dagen	PERSONNEL — PERSONEEL: Nombre d'ouv. présents / Aantal aanwezig arb.: Fond / Ondergrond	Fond et surface / Onder- en bovengrond	Indices - Indices: Taille / Pijler	Fond / Ondergrond	Fond et surface / Onder- en bovengrond	Rendement (kg) / Rendement (kg): Fond / Ondergrond	Fond et surface / Onder- en bovengrond	Présences (1) / Aanw. (%): Fond / Ondergrond	Fond et surface / Onder- en bovengrond	Mouvem. main-d'œuvre / Werkkrachten schomm.: Belges / Belgen	Etrangers / Vreemdel.	Total / Totaal	Grisou capté et valorisé / Opgevangen en gevaloriseerd mijngas m³ à 8.500 kcal 0° C - 760 mm Hg
Hainaut - Henegouwen	80.400	7.745	47.578	20,00	2.286	3.535	0,238	0,603	0,950	1.659	1.052	61,16	67,26	— 72	— 169	— 241	{ 1.561.499
Liège - Luik	32.524	6.080	35.156	20,00	998	1.396	0,236	0,647	0,905	1.545	1.105	69,21	72,92	— 13	— 50	— 63	
Campine - Kempen	536.996	41.210	746.456	20,00	11.111	14.703	0,095	0,410	0,547	2.440	1.830	84,23	85,91	+ 53	+ 56	+ 109	1.141.885
Le Royaume - Het Rijk	649.920	55.035	829.190	20,00	14.395	19.634	0,120	0,446	0,614	2.244²)	1.628²)	78,71	81,12	— 32	— 163	— 195	2.703.384
1976 Janvier - Januari	636.152	57.378	788.151	20,22	14.907	20.313	0,131	0,474	0,653	2.111	1.531	83,08	85,02	— 393	— 156	— 549	2.823.289
1975 Décembre - December	593.743	44.600	806.170	18,68	14.939	20.164	0,132	0,470	0,645	2.126	1.551	83,36	85,37	+ 44	— 127	— 83	2.765.852
Février - Februari	663.006	54.586	251.204	19,87	15.436	20.770	0,130	0,465	0,639	2.152	1.564	80,83	83,08	+ 113	+ 45	+ 158	5.076.179
1974 M.M.	675.915	46.823	243.710	20,06	14.579	20.472	0,130	0,444	0,629	2.254	1.590	80,70	83,26	— 758	+ 152	+ 606	5.034.404
1970 M.M.	1.022.392	93.227	214.909	18,80	21.479	30.162	0,157	0,438	0,625	2.284	1.599	83,13	85,37	— 151	— 146	— 297	4.555.460
1969 M.M.	1.100.040	90.639	630.744	19,57	25.339	35.067	0,170	0,473	0,664	2.112	1.506	82,37	84,54	—3381	—4830	—8221	5.783.024
1968 M.M.	1.233.846	94.468	1.735.082	20,28	30.101	40.787	0,184	0,506	0,705	1.976	1.418	83,55	85,55	— 200	— 315	— 515	5.393.912
1966 M.M.	1.458.276	104.342	3.045.509	19,72	40.231	54.455	0,219	0,569	0,787	1.758	1.270	85,07	86,66	— 435	— 617	—1052	4.938.413
1964 M.M.	1.775.376	118.885	1.488.665	21,33	50.710	68.032	0,237	0,635	0,866	1.574	1.155	83,71	85,66	— 291	+ 323	+ 32	5.514.722
1962 id.	1.768.804	124.240	1.350.544	21,56	52.028	71.198	0,224	0,610	0,853	1.624	1.156	81,17	83,82	— 411	+ 2	— 409	5.848.183
1960 id.	1.872.443	176.243	6.606.610	20,50	51.143	71.460	0,268	0,700	0,983	1.430	1.018	81,18	83,70	— 753	— 745	—1498	5.702.727
1956 id.	2.455.079	254.456	179.157	23,43	82.537	112.943	0,35	0,86	1,19	1.156	838	84,21	86,29	— 357	— 300	— 657	7.443.776
1948 id.	2.224.261	229.373	840.340	24,42	102.081	145.366	—	1,14	1,64	878	610	—	85,88	—	—	—	—
1938 id.	2.465.404	205.234	2.227.260	24,20	91.945	131.241	—	0,92	1,33	1.085	753	—	—	—	—	—	—
1913 id.	1.903.466	187.143	955.890	24,10	105.921	146.084	—	1,37	1,89	731	528	—	—	—	—	—	—
1976 Semaine du 22-5 au 28-5 / Week van 22-5 tot 28-5	96.682		1.281.574	3,00	14.737	20.320				2.195	1.595	75,00	80,00				

N. B. — (1) Uniquement les absences individuelles. — Alléén individuële afwezigheid.
(2) Sans les effectifs de maîtrise et de surveillance : Fond : 2.579 — Fond et surface : 1.839 — Zonder de sterkte van meester- en toezichtspersoneel : Ondergrond : 2.579 — Onder- en bovengrond : 1.839.

BELGIQUE — FOURNITURE DE CHARBONS BELGES AUX DIFFERENTS SECTEURS ECONOMIQUES — FEVRIER 1976
BELGIE — LEVERING VAN BELGISCHE STEENKOLEN AAN DE VERSCHEIDENE ECONOMISCHE SECTORS — FEBRUARI 1976

PERIODES / PERIODEN	Foyers domestiques, artisanat, commerce, administrations publiques	Huisbrand, klein-bedrijf, handel, openbare diensten	Cokeries / Cokesfabrieken	Fabriques d'agglomérés / Agglomeratenfabr.	Centrales électr. publiques / Openbare elektr. centrales	Sidérurgie / Ijzer- en staal-nijverheid	Fabrications métall. / Metaalverwerkende nijverheden	Métaux non ferreux / Non-ferro metalen	Chimie / Chemische nijverh.	Chemins de fer et autres transports / Spoorwegen en ander vervoer	Textiles, habillement, cuir / Textiel, kleding, leder	Dent. alim., boissons, tabacs / Voedingswaren, dranken, tabak	Produits minéraux non métalliques / Niet metalen delfstoffen		Pâtes à papier, papier / Papierpulp, papier	Industries diverses / Allerlei nijverheidstakken	Exportations / Uitvoer	Total du mois / Tot. v. d. maand
1976 Février - Februari		31.901	327.406	13.303	152.511	5.939	1.682	1.033	516	1.736	166	277		461	—	1.178	21.922	560.031
Janvier - Januari		33.288	375.101	13.182	143.049	7.501	399	979	76	1.050	128	151		648	—	1.364	26.882	603.798
1975 Décembre - December		30.650	374.240	17.469	127.930	6.320	741	828	88	1.166	131	1.082		590	—	1.835	27.424	590.494
Février - Februari		45.349	384.220	24.515	84.063	5.179	1.661	4.079	52	682	105	1.358		1.170	—	1.269	32.481	586.183
1974 M.M.		56.041	391.865	28.638	86.007	5.353	1.221	3.890	246	1.034	151	1.676		1.907	25	1.539	32.007	611.569
1970 M.M.		112.550	464.180	54.101	183.135	11.596	19.132	10.100	425	2.370	388	4.161		6.725	4.191	4.359	44.102	925.190
1969 M.M.		132.890	519.889	51.651	271.629	13.387	2.502	12.188	374	2.630	521	5.564		9.328	4.790	3.035	74.823	1.105.199
1968 M.M.		166.544	510.582	63.687	316.154	10.976	2.595	10.189	1.129	3.241	588	6.703		11.598	4.382	3.566	95.376	1.207.310
		(2)												(3)				
1966 M.M.	174.956	12.534	466.091	76.426	334.405	13.655	4.498	15.851	6.366	7.955	1.286	5.496	15.996	11.063	5.558	14.288	99.225	1.265.649
1964 M.M.	217.027	14.940	526.285	112.413	294.529	8.904	7.293	21.429	13.140	23.176	2.062	13.632	22.867	57.211	10.527	15.150	169.731	1.530.316
1962 M.M.	278.231	13.871	597.719	123.810	341.233	8.112	10.370	21.796	23.376	45.843	3.686	17.082	26.857	65.031	13.549	20.128	223.832	1.834.526
1960 M.M.	266.847	12.607	619.271	84.395	308.910	11.381	8.089	28.924	18.914	61.567	6.347	20.418	38.216	58.840	14.918	21.416	189.581	1.770.641
1956 M.M.	420.304	15.619	599.722	139.111	256.063	20.769	12.197	40.601	41.216	91.661	13.082	30.868	64.446	71.682	20.835	32.328(1)	353.828	2.224.332

GENRE PERIODE / AARD / PERIODE	Ovens in werking: Batteries Batterijen	Ovens in werking: Fours Ovens	Reçu - Ontv.: Belge Inheemse	Reçu - Ontv.: Etranger Uitheemse	Enfourné In de oven geladen	Huiles combustibles Stookolie (t)	Production - Produktie: Gros coke Dikke cokes > 80 mm	Production - Produktie: Autres Andere	Production - Produktie: Total Totaal	Consomm. propre Eigen verbruik	Livr. au personnel Levering aan pers.	Débit - Afzet: Sect. domest., artisanat et admin. publ. Huis. sektor, kleinbedrijf en openb. diensten (2)	Débit - Afzet: (3)	Débit - Afzet: Sidérurgie IJzer- en staalnijverheid	Débit - Afzet: Centr. électr. publiques Openb. elektr. centrales	Débit - Afzet: Transports Vervoer	Débit - Afzet: Autres secteurs Andere sektors	Débit - Afzet: Exportation Uitvoer	Débit - Afzet: Total Totaal	Stock fin de mois Voorraad einde maand (t)	Ouvriers occupés Tewerkgestelde arbeid.
Gras - Vetkool			321.690	293.183	606.999																
Autres - Andere			—	3.391	9.541																
Le Royaume - Het Rijk	42	1.362	321.690	296.574	616.540		413.868	57.038	470.906	438	1.842		3.901	427.741	516	64	8.549	22.628	463.399	117.579	3.047
1976 Janv. - Jan.	41	1.349	379.026	298.801	602.944		412.188	60.959	473.147	27	1.688		3.786	438.894	5	54	6.784	23.299	472.822	113.936	3.081
1975 Déc. - Dec.	42	1.406	396.671	218.565	576.305		393.760	55.547	449.307	42	1.940		4.602	439.274	13	62	8.402	22.629	474.982	115.647	3.108
Février - Febr.	45	1.472	404.833	486.540	732.169		478.664	63.537	542.201	14	1.644		9.166	529.485	—	23	13.054	30.277	582.005	180.818	3.215
1974 M.M.	45	1.472	396.620	474.551	872.722		555.914	114.953	670.867	22	1.099		4.834	606.197	14	143	20.155	38.705	653.354	283.183	3.196
1970 M.M.	42	1.378	471.981	335.828	771.875	(4)	483.060	110.208	593.267	196	2.830		6.162	486.084	39	1.176	41.698	50.362	585.521	688.236	3.041
1969 M.M.	41	1.379	515.282	266.488	781.952	(4)	503.144	100.930	604.075	367	3.066		9.084	513.846	21	903	39.480	40.250	563.335	82.874	3.039
1968 M.M.	43	1.431	510.733	269.531	785.596	(4)	494.007	109.853	603.590	282	3.397		11.318	493.621	29	1.186	40.536	55.880	502.570	118.142	3.165
1966 M.M.	46	1.500	465.298	283.631	757.663	1.468	461.970	118.145	580.115	1.306	5.142	11.595	1.342	442.680	117	1.010	44.278	66.884	567.906	188.726	3.524
1964 M.M.	49	1.581	520.196	283.612	805.311	840	485.178	131.291	616.469	1.759	5.640	13.562	1.833	483.554	83	1.209	48.159	59.535	607.935	161.531	3.998
1962 M.M.	13	1.439	581.012	198.200	778.073	951	481.665	117.920	599.585	6.159	5.542	14.405	2.342	473.803	159	1.362	46.384	73.450	591.905	217.789	4.310
1960 M.M.	51	1.668	614.508	198.909	811.811	23.059(1)	502.323	124.770	627.093	7.803	5.048	12.564	2.973	468.291	612	1.234	49.007	82.218	616.899	269.877	3.821
1956 M.M.	44	1.530	601.931	196.725	784.875	10.068(1)	492.676	113.195	605.871	7.228	5.154	15.538	5.003	433.510	1.918	2.200	56.636	76.198	591.308	87.208	4.137
1948 M.M.	47	1.510	454.585	157.180	611.765	—	373.488	95.619	469.107	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4.463
1938 M.M.	56	1.669	399 063	158.763	557.826	—	—	—	366.543	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4.120
1913 M.M.	—	2.898	233.858	149.621	383.479	—	—	—	293.583	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4.229

N.B. — (1) En hl. - In hl. — (2) Secteur domestique et artisanat - Huisbrand en kleinbedrijf. — (3) Administrations publiques - Openbare diensten. — (4) Chiffres indisponibles - Onbeschikbare cijfers.

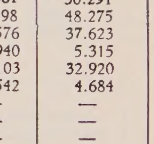
BELGIQUE — COKERIES
BELGIE — COKESFABRIEKEN

GENRE PERIODE / AARD PERIODE	Gaz - Gas 1.000 m³, 4.250 kcal, 0° C, 760 mm Hg: Production Produktie	Consomm. propre Eigen verbruik	Débit - Afzet: Synthèse Ammon. fabr.	Débit - Afzet: Sidérurgie Staalnijverh.	Débit - Afzet: Autres indus. Andere bedr.	Débit - Afzet: Centrales élec. Elek. centrales	Sous-produits Bijprodukten (t): Goudron brut Ruwe teer	Ammoniaque Ammoniak	Benzol
Gaz de fours - Hoogovengas.	198.884	95.714	9.360	61.220	8.459	24.130			
Autres - Andere	—	14.326	—	5.896	—	9			
Le Royaume - Het Rijk	198.884	110.040	9.360	67.116	8.459	24.139	17.171	3.259	4.530
1976 Janvier - Januari	201.003	106.437	10.395	76.916	8.326	21.240	16.705	3.423	4.478
1975 Décembre - December	197.296	107.363	10.332	76.196	8.762	21.139	16.446	3.316	4.223
Février - Februari	244.073	128.535	9.402	77.831	11.058	41.087	21.146	3.741	4.101
1974 M.M.	275.138	151.001	12.043	98.876	7.919	53.854	23.714	4.379	4.769
1970 M.M.	264.156	132.455	19.397	80.926			19.471	3.995	4.586
1969 M.M.	266.093	131.627	22.652	83.604			20.527	5.141	5.366
1968 M.M	273.366	131.861	32.096	81.331			21.841	5.874	5.567
1966 M.M.	262.398	124.317	47.994	71.338			21.297	6.415	5.053
1964 M.M.	282.815	132.949	75.748	69.988			23.552	6.764	5.470
1962 M.M.	280.103	128.325	69.423	17.162			23.044	6.891	5.239
1960 M.M.	283.038	133.434	80.645	64.116			22.833	7.043	5.870
1956 M.M.	267.439	132.244	78.704	56.854			20.628	7.064	5.569
1948 M.M.	105.334	—	—	—			16.053	5.624	4.978
1938 M.M.	75.334	—	—	—			14.172	5.186	4.636

FABRIQUES D'AGGLOMERES — FEVRIER 1976
AGGLOMERATENFABRIEKEN — FEBRUARI 1976

PERIODE / PERIODE	Production - Produktie (t): Boulets Eierkolen	Briquettes Briketten	Total Totaal	Consommation propre Eigen verbruik (t)	Livraison au personnel Lever. aan het personeel (t)	Mat. prem. Grondstoffen (t): Charbon Steenkool	Brai Pek	Ventes et cessions Verkocht en afgestaan (t)	Stock fin du mois Voorraad einde maand (t)	Ouvriers occupés Tewerkgestelde arbeid.
1976 Fév. - Feb.	17.037	610	17.647	465	10.185	15.865	1.499	7.522	4.787	73
Janv. - Jan.	21.085	400	21.485	492	11.299	19.228	1.883	9.544	5.312	74
1975 Déc. - Dec.	21.348	1.335	22.683	502	11.985	20.442	1.908	11.112	5.162	84
Fév. - Feb.	28.863	985	29.848	624	13.404	27.360	2.428	15.131	1.871	109
1974 M.M.	33.775	940	34.715	603	12.418	32.016	2.872	22.117	3.112	123
1970 M.M.	59.178	2.920	62.098	2.101	16.990	58.556	4.751	43.469	24.951	230
1969 M.M.	62.954	3.165	66.119	2.318	15.132	58.289	5.564	49.335	21.971	268
1968 M.M.	64.766	3.820	68.586	3.364	14.784	65.901	5.404	51.061	30.291	316
1966 M.M.	75.315	5.645	80.950	2.316	16.191	78.302	6.329	65.598	48.275	482
1964 M.M.	109.081	10.337	119.418	2.425	17.827	85.138	7.124	70.576	37.623	478
1962 M.M.	119.386	14.134	133.520	2.920	16.708	127.156	10.135	114.940	5.315	577
1960 M.M.	77.240	17.079	94.319	2.282	12.191	84.464	7.060	77.103	32.920	473
1956 M.M.	116.258	35.994	152.252	3.666	12.354	142.121	12.353	133.542	4.684	647
1948 M.M.	27.014	53.384	80.848	—	—	74.702	6.625	—	—	563
1938 M.M.	39.742	102.948	142.690		—	129.797	12.918	—	—	873
1913 M.M.	—	—	217.387		—	197.274	—	—	—	1.911

(1) Chiffres indisponibles — Onbeschikbare cijfers.



BELGIQUE BELGIE — BRAI PEK t — FEVRIER 1976 FEBRUARI 1976

PERIODE	Quantités reçues Ontvangen hoeveelheden			Consomm. totale Totaal verbruik	Stock fin du mois Voorr. einde maand	Exportations Uitvoer
	Orig. indig. Inh. oorspr.	Importations Invoer	Total Totaal			
1976 Févr. - Febr.	1.215	—	1.215	1.499	2.205	—
Janv. - Jan.	1.788	—	1.788	1.883	2.489	2.131
1975 Déc. - Dec.	2.108	—	2.108	1.908	2.584	2.716
Févr. - Febr.	2.350	—	2.350	2.428	4.450	—
1974 M.M.	2.626	815	3.441	2.872	4.623	—
1970 M.M.	4.594	168	4.762	4.751	6.530	193
1969 M.M.	5.187	6	5.193	5.564	8.542	—
1968 M.M.	4.739	86	4.825	5.404	14.882	274
1966 M.M.	4.079	382	4.461	6.329	46.421	398
1964 M.M.	6.515	7.252	13.767	9.410	82.198	1.080
1962 M.M.	8.832	1.310	10.142	10.135	19.963	—
1956 M.M.	7.019	5.040	12.059		51.022	1.281
1952 M.M.	4.624	6.784	11.408	9.971	37.357	2.014

(1) août-septembre — augustus-september

BELGIQUE BELGIE — METAUX NON-FERREUX NON FERRO-METALEN — FEVRIER 19 FEBRUARI 19

PERIODE	Produits bruts - Ruwe produkten								Demi-finis - Half. pr.		Ouvriers occupés Te werk gestelde arbeiders
	Cuivre Koper (t)	Zinc Zink (t)	Plomb Lood (t)	Etain Tin (t)	Alum., Antim., Cadm., etc (t) Alum., Antim., Cadm., enz. (t)	Poussières de zinc (t) Zinkstof (t)	Total Totaal (t)	Argent, or platine, etc. Zilver, goud, plat., enz. (kg)	Mét. préc. exc. Edele metalen uitgezonderd (t)	Argent, or, platine, etc. Zilver, goud, plat., enz. (kg)	
1976 Févr. - Febr.	28.013	18.821	455	98	774	3.866	58.861	84.187	47.936	1.349	14.437
Janv. - Jan.	27.210	18.811	489	99	713	3.699	58.112	88.724	41.072	1.176	14.490
1975 Déc. - Dec.	27.524	17.996	9.351	520	690	3.670	59.751	84.386	47.144	1.310	14.704
Févr. - Febr.	28.867	22.358	10.406	404	781	4.517	67.333	78.293	37.537	1.403	15.674
1974 M.M.	32.359	24.466	9.164	353	1.015	4.502	71.857	45.979	25.907	2.591	16.241
1970 M.M.	29.423	19.563	3.707	477			62.428	76.259	36.333	3.320	16.689
1969 M.M.	25 077	21.800	9.366	557			57.393	121.561	36.007	2.451	16.462
1968 M.M.	28.409	20.926	9.172	497			59.486	85.340	32.589	1.891	15.881
1966 M.M.	25.286	20.976	7.722	548			55.128	37.580	32.828	2.247	18.038
1964 M.M.	23.844	18.545	6.943	576			50.548	35.308	29.129	1.731	17.510
1962 M.M.	18.453	17.180	7.763	805			44.839	31.947	22.430	1.579	16.461
1956 M.M.	14.072	19.224	8.521	871			43.336	24.496	16.604	1.944	15.919
1952 M.M.	12.035	15.956	6.757	850			36.155	23.833	12.729	2.017	16.227

BELGIQUE-BELGIE — S

PERIODE PERIODE	Hauts fourneaux en activité Hoogovens in werking	PR						
		Produits bruts Ruwe produkten			Produits demi-finis Half-produkten			
		Fonte Gietijzer	Acier en lingots Staalblokken	Acier moulé av. ébard. Gegoten staal voor afboording	Pour relamin. belges Voor Belg. herwalsers	Autres Andere	Aciers marchands Handelsstaal	Profilés Profielstaal
1976 Février - Februari	23	716.559	892.531	4.298	49.320	61.347	154.684	101.029
Janvier - Januari	23	770.605	975.679	4.768	50.676	72.181	110.433	104.776
1975 Décembre - December	24	750.205	957.269	4.173	54.319	67.653	120.131	100.559
Février - Februari	39	908.004	1.146.723	6.199	41.938	61.142	156.049	90.446
1974 M.M.	39	1.084.970	1.352.540	6.677	79.287	86.412	239.090	121.815
1970 M.M.	41	895.076	1.050.953	8.875	51.711	77.649	20.684	77.345
1969 M.M.	42	924.332	1.069.748	(3)	56.695	69.424	217.770	67.378
1968 M.M.	41	864.209	964.389	(3)	45.488	58.616	202.460	52.360
1966 M.M.	40	685.805	743.506	(3)	49.224	63.777	167.800	38.642
1964 M.M.	44	670.548	727.548	(3)	52.380	80.267	174.098	35.953
1962 M.M.	45	562 378	613.479	4.805	56.034	49.495	172.931	22.572
1960 M.M.	53	546 [illegible]61	595.060	5.413	150.669	78.[illegible]48	146.439	15.324
1956 M.M.	50	480.840	525.898	5.281	60.829	20.695	153.634	23.973
				(1)				
1948 M.M.	51	327.416	321.059	2.573	61.951		70.980	39.383
1938 M.M.	50	202.177	184.369	3.508	37.839		43.200	26.010
1913 M.M.	54	207.058	200.398	25.363	127.083		51.177	30.219

(1) Fers finis - Afgewerkt ijzer. — (2) Tubes soudés Gelaste pijpen. — (3) Chiffres indisponibles - Onbeschikbare cijf

IMPORTATIONS-EXPORTATIONS
IN- EN UITVOER

Importations - Invoer (t)

Pays d'origine / Land van herkomst / Période / Periode / Répartition / Verdeling	Charbon / Steenkolen	Coke / Cokes	Agglomérés / Agglomeraten	Lignite / Bruikolen
C.E.C.A. - E.G.K.S.				
Allem. Occ. - W. Duitsl.	311.083	22.296	5.856	1.964
France - Frankrijk	8.465	6.958	497	—
Pays-Bas - Nederland	—	9.546	—	—
Roy. Uni - Veren. Koninkrijk.	31.073	4.504	—	—
Total - Totaal	350.621	43.304	6.353	1.964
PAYS TIERS - DERDE LANDEN				
E.U.A. - V.S.A.	45.746	3.928	—	—
URSS - USSR	26.083	—	—	—
Pologne - Polen	50.903	—	—	—
Afrique du Sud - Zuid Afrika.	50.909	—	—	—
Australie - Australiën	21.702	—	—	—
Divers - Allerlei	8.225	—	—	147
Total - Totaal	203.568	3.928	—	147
Ens. Févr. - 1976 Samen Febr.	554.189	47.232	6.353	2.111
1976 Janvier - Januari	450.638	35.416	6.685	2.248
1975 Décembre - December	498.008	33.498	10.330	2.077
Février - Februari	850.265	83.496	13.366	1.521
1974 M.M.	790.469	112.616	7.295	2.829
Repartition - Verdeling :				
1) Sect. dom. - Huisel. sektor.	97.299	388	6.329	2.111
2) Sect. ind. - Nijverheidssekt.	421.930	46.512	13	—
3) Réexportation - Wederuit.	2.480	50	11	—
4) Mouv. stocks - Schom. voor.	+12.263	+282	—	—

Exportations - Uitvoer (t)

Destination / Land van bestemming	Charbons / Steenkolen	Cokes / Cokes	Agglomérés / Agglomeraten
CECA - EGKS			
Allemagne Occ. - W. Duitsl.	15.165	7.124	—
France - Frankrijk	2.607	4.399	275
Luxembourg - Luxemburg	—	9.217	—
Pays-Bas - Nederland	4.130	603	—
Total - Totaal	21.902	21.343	275
PAYS TIERS - DERDE LANDEN			
Espagne - Spanje	—	1.265	—
Suisse - Zwitserland	20	—	—
Congo - Kongo (Kinshasa)			
Divers - Allerlei	—	20	15
Total - Totaal	20	1.285	15
Ens. Févr. 1976 Samen Febr.	21.922	22.628	290
1976 Janvier - Januari	26.882	23.299	536
1975 Décembre - December	27.424	22.629	1.657
Février - Februari	32.481	30.277	1.111
1974 M.M.	32.007	38.705	2.101

I STAALNIJVERHEID

FEVRIER-FEBRUARI 1976

TIE t

Produits finis - Afgewerkte produkten								Produits finals - Verder bew. prod.		
Tôles fortes / Dikke platen ≥ 4,76 mm	Tôles moyennes / Middeldikke platen / 3 à 4,75 mm / 3 tot 4,75 mm	Larges plats / Universeel staal	Tôles fines noires / Dunne platen niet bekleed	Feuillards bandes à tubes / Bandstaal / Banden v. buizenstrip	Ronds et carrés pour tubes / Rond en vierkant staafmat. voor buizen	Divers / Allerlei	Total des produits finis / Totaal der afgewerkte produkten	Tôles galv., plomb. et étamées / Verzinkte, verlode en vertinde platen	Tubes d'acier / Stalen buizen	Ouvriers occupés / Tewerkgestelde arbeiders
64.657	46.471	1.318	281.274	11.274	—	1.198	700.306	98.532	17.988	49.320
100.680	38.249	1.607	286.262	8.177	—	1.100	709.944	96.788	16.510	50.676
97.803	45.125	1.293	307.200	6.547	6.350	1.962	745.172	78.152	22.161	48.191
133.026	48.928	2.041	238.856	4.776	11.754	2.320	739.094	61.856	18.697	51.423
163.093	50.228	2.500	338.357	17.118	10.784	2.581	1.013.530	89.054	23.426	52.653
90.348	50.535	2.430	242.951	30.486	5.515	2.034	774.848	60.660	23.082	50.663
97.658	59.223	2.105	258.171	32.621	5.377	1.919	819.109	60.141	23.394	48.313
78.996	37.511	2.469	227.851	30.150	3.990	2.138	722.475	51.339	20.199	47.944
68.572	25.289	2.073	149.511	32.753	4.409	1.636	572.304	46.916	22.462	49.651
47.996	19.976	2.693	145.047	31.346	1.181	1.997	535.840	49.268	22.010	53.604
41.258	7.369	3.526	113.984	26.202	290	3.053	451.448	39.537	18.027	53.066
41.501	7.593	2.536	90.752	29.323	1.834	2.199	396.405	26.494	15.524	44.810
									(2)	
53.456	10.211	2.748	61.941	27.959	—	5.747	388.858	23.758	4.410	47.104
28.786	12.140	2.818	18.194	30.017	—	3.589	255.725	10.992	—	38.431
16.460	9.084	2.064	14.715	13.958	—	1.421	146.852	—	—	33.024
19.672	—	—	9.883	—	—	3.530	154.822	—	—	35.300

Production Produktie	Unité - Eenheid	Janv. - Jan. 1976	Déc. - Dec. 1975	Janv. - Jan. 1975	M.M. 1975
Porphyre - Porfier :					
Moëllons - Breuksteen . .	t	—	—	—	—
Concassés - Puin . . .	t	304.850	464.242	156.609	453.082
Petit granit - Hardsteen :					
Extrait - Ruw	m³	32.209	27.911	25.003	33.963
Scié - Gezaagd	m³	3.878	4.641	6.160	5.652
Façonné - Bewerkt . . .	m³	664	706	794	872
Sous-prod. - Bijprodukten	m³	46.323	41.103	33.663	44.800
Marbre - Marmer :					
Blocs équarris - Blokken .	m³	237	117	260	194
Tranches - Platen (20 mm)	m²	—	—	20.924	—
Moëllons et concassés - Breuksteen en puin . . .	t	21.125	17.346	353	19.540
Bimbeloterie - Snuisterijen	kg	60	105	(c)	237
Grès - Zandsteen :					
Moëllons bruts - Breukst.	t	10.055	16.801	12.292	35.616
Concassés - Puin . . .	t	78.544	90.059	90.340	139.692
Pavés et mosaïques - Straatsteen en mozaïek .	t	9	7	20	34
Divers taillés - Diverse .	t	1.848	2.779	2.779	3.673
Sable - Zand :					
pr. métall. - vr. metaaln.	t	79.437	75.130	100.052	85.702
pr. verrerie - vr. glasfabr.	t	137.426	148.949	138.395	134.280
pr. constr. - vr. bouwbedr.	t	771.962	640.554	776.015	853.828
Divers - Allerlei . . .	t	132.393	159.869	184.382	211.371
Ardoise - Leisteen :					
Pr. toitures - Dakleien .	t	—	—	182	—
Schiste ard. - Leisteen .	t	—	—	—	—
Coticule - Slijpstenen . .	kg	—	—	(c)	—

Production Produktie	Unité - Eenheid	Janv. - Jan. 1976	Déc. - Dec. 1975	Janv. - Jan. 1975	M.M. 1975
Produits de dragage - Prod. v. baggermolens :					
Gravier - Grind . .	t	405.057	372.531	406.278	493.2
Sable - Zand . . .	t	50.004	65.217	61.385	71.7
Calcaires - Kalksteen . .	t	(c)	1.688.688	1.717.782	1.904.9
Chaux - Kalk	t	(c)	211.466	227.905	209.9
Carbonates naturels - Natuurcarbonaat . . .	t	(c)	28.516	28.037	30.5
Dolomie - Dolomiet :					
crue - ruwe	t	(c)	194.772	242.121	206.4
frittée - witgegloeide .	t	(c)	16.586	22.229	19.4
Plâtres - Pleisterkalk . .	t	(c)	19.843	22.070	18.4
Agglomérés de plâtre - Pleisterkalkagglomeraten	m²	(c)	1.429.935	1.755.766	1.540.7
Silex - Vuursteen :					
broyé - gestampt . .	t	186	163	193	2
pavé - straatsteen . .	t	—	—	—	
Quartz et Quartzites - Kwarts en Kwartsiet . .	t	12.792	13.144	31.725	31.0
Argiles - Klei	t	4.347	3.064	10.044	9.6
Personnel - Personeel :					
Ouvriers occupés - Tewerkgestelde arbeiders		—	7.291	7.873	7.6

(c) Chiffres indisponibles - Onbeschikbare cijfers.

'rélèvement, récupération et analyse e polluants organiques dans l'air

'I. NEURAY, W. DE CRAECKER et J. STEVENS *

RESUME

La pollution de l'air par des vapeurs organiques a ris une importance croissante ces dernières années. a méthode proposée ici tente de présenter une solu- on aux nombreux problèmes techniques posés par ur détection.

Une étude bibliographique détaillée permet d'abord e comparer de manière critique les différentes réthodes employées pour prélever les produits en uestion en les concentrant. Il s'agit de la cryogénie, u barbotage dans un solvant et, surtout, de adsorption sur solide finement divisé. Dans le cadre e cette dernière méthode, les divers procédés de écupération des produits adsorbés sont ensuite étu- iés. Après avoir mis en évidence les nombreux in- onvénients de l'extraction par solvant, les auteurs nalysent les techniques de désorption thermique de lus en plus sophistiquées employées par de ombreux chercheurs, qui y recourent avec plus ou noins de bonheur. Vient ensuite une revue des néthodes d'analyse par chromatographie gazeuse tilisées par ces chercheurs. Cette partie se termine ar une étude des matériaux de remplissage des co- onnes analytiques

Est ensuite décrit le cheminement qui fut suivi pour rriver, par les conclusions de la littérature et les ex- ériences préliminaires, à la sélection et à la mise au oint de la méthode définitivement adoptée et décrite n détail par ailleurs

Cette méthode consiste à prélever les polluants or- aniques directement sur une colonne de chroma- ographie gazeuse d'adsorption de 3 m en inox et emplie d'un polymère poreux aux propriétés re- narquables, le Tenax-GC. Les produits sont ensuite écupérés et analysés simultanément par chroma- ographie, les pics devant finalement être surfacés au lanimètre

SAMENVATTING

De luchtverontreiniging door organische dampen is de jongste jaren in belangrijkheid toegenomen. De hier voorgestelde methode tracht een oplossing te geven voor de talrijke technische problemen die de opsporing ervan teweegbrengt.

Een gedetailleerde bibliografische studie maakt de kritische vergelijking mogelijk van de verschillende gebruikte methodes voor de bemonstering van de produkten in kwestie met concentratie. Het gaat over de cryogenie, de indompeling in een solvent en vooral de adsorptie op een fijn verdeelde vaste stof. Binnen deze laatste methode worden daarna de recuperatieprocédés van de geadsorbeerde produkten bestudeerd. Na de talrijke nadelen van de extractie door solvents te hebben aangetoond analyseren de auteurs de steeds ingewikkelder thermische adsorptietechnieken welke de vorsers min of meer succesvol gebruiken. Daarna volgt een overzicht van de analysemethodes met gaschromatografie welke deze vorsers toepassen. Dit gedeelte wordt afgesloten met een studie over de vulmaterialen voor de analytische kolommen.

Daarna wordt de weg beschreven die werd gevolgd om via de conclusies uit de literatuur en de vooraf- gaande proefnemingen te komen tot de selectie en de uitwerking van de definitief aangenomen en elders in detail omschreven methode

Deze methode bestaat erin de organische polluenten rechtstreeks te bemonsteren op een 3 m lange inoxkolom voor adsorptiegaschromatografie gevuld met een poreus polymeer met opmerkelijke eigenschappen, Tenax-GC. De produkten worden dan gerecupereerd en tegelijkertijd geanalyseerd door chromatografie waarna de oppervlakte van de pieken tenslotte met de planimeter wordt berekend

---

Respectivement : Chargé de Recherches Principal, Chargé de Recherches et Chimiste à l'INIEX, rue du Chéra, 200 - B-4000 Liège.

Le procédé fut appliqué avec succès pour un problème de pollution engendré par les solvants de peintures utilisés par une usine d'enduction de tôles. De nombreuses mesures purent ainsi être effectuées dans l'environnement immédiat de celle-ci et interprétées ensuite. Une contestation ayant surgi en ce qui concerne l'origine d'une des substances (le benzène, polluant le plus dangereux de ceux envisagés), il a fallu approfondir la question et analyser successivement de l'air pollué directement par des vapeurs d'essence et des gaz d'échappement, les impuretés de certains solvants techniques employés et, enfin, les rejets de l'usine en cause. Il fallut renoncer à tirer des conclusions de ces dernières mesures, car la méthode classique de prélèvement testée ne donna pas satisfaction.

Enfin, une critique passe en revue précision, avantages, inconvénients et applicabilité de la méthode susceptible, par ailleurs, d'être considérablement perfectionnée moyennant divers apports techniques.

Het procédé werd succesvol toegepast voor e verontreinigingsprobleem veroorzaakt door solve voortkomend van verf die door een metaalplaten strijkingsfabriek wordt gebruikt. Talrijke meting konden aldus worden verricht in de onmiddellijke bijheid ervan en daarna geïnterpreteerd. Wegens e geschil over de oorsprong van een der substant (benzeen, de gevaarlijkste van de beschouwde p luenten) moest het probleem grondiger worden na gaan en moesten opeenvolgende analyses word doorgevoerd van de rechtstreeks door benzinedamp en uitlaatgassen verontreinigde lucht, de onz verheden van bepaalde gebruikte technische solver en tenslotte, de lozing door de betrokken fabriek. H trekken van conclusies uit deze laatste meting moest worden opgegeven omdat de beproefde kla sieke bemonsteringsmethode geen voldoening gaf.

Tenslotte geeft een kritiek een overzicht van nauwkeurigheid, de voor- en nadelen en de to pasbaarheid van de methode die overigens aanzienl kan worden vervolmaakt door diverse technisc aanvullingen.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Luftverschmutzung durch organische Dämpfe hat im Laufe der letzten Jahre mehr und mehr an Bedeutung zugenommen. Es wird aufgrund des an dieser Stelle erläuterten Verfahrens versucht, den zahlreichen von deren Erfassung aufgeworfenen technischen Problemen eine Antwort zu geben.

Auf der Grundlage einer ausführlichen bibliographischen Untersuchung kann man zunächst einmal die verschiedenen angewandten Verfahren zur Entnahme der betreffenden Produkte durch Konzentrierung kritisch vergleichen. Dabei handelt es sich um die Tiefsttemperaturtechnik und das Tauchbad in einem Lösungsmittel und vor allen Dingen um die Adsorption auf einen feingeteilten Festkörper. Im Rahmen dieser letzten Methode werden die verschiedenen Verfahren zur Rückgewinnung der adsorbierten Produkte anschließend untersucht. Nachdem sie die vielen Nachteile der Extraktion durch Lösungsmittel herausgestellt haben, untersuchen die Verfasser die von zahlreichen Forschern mehr oder weniger glücklicherweise angewandten Verfahren der thermischen Desorption, die immer mehr kompliziert werden. Eine Übersicht über die von diesen Forschern angenommenen Untersuchungsmethoden der Gaschromatographie schließt sich an. Dieser Teil endet mit einer Untersuchung der Füllstoffe für analytische Kolonnen.

Es folgt dann der Weg, der anhand der Schlußfolgerungen der Fachliteratur und der vorhergehenden

SUMMARY

Air pollution by organic volatiles has grown in i portance in recent years. The method here proposed an attempt to solve the numerous problems involv in detecting such vapours.

A detailed literature survey opens the article, givi a critical comparison of the various methods used fi of all for sampling the products in question by co centrating them. These methods are : the cryoger method, bubbling through a solvent, and mainly a sorption on a finely-divided solid. Under the las named method, the article continues by examini the different methods for recovering the produc adsorbed. Having demonstrated the many disadva tages of solvent extraction, the authors go on analyse the increasingly sophisticated techniqu of thermal desorption applied by a large number research workers, who have achieved varying degre of success. There follows a review of the g chromatography methods used by these worke This section closes with an examination of t filling media used in the chromatographic columns.

The article then describes the authors' approach via their conclusions from the literature survey a their preliminary experiments — leading to the lection and perfection of the method they fina adopted ; afterwards, the method is described in tail.

perimente zu der Auswahl bzw. der Entwicklung s endgültig angenommen und ausführlich geschil- rten Verfahrens führte.

Dieses Verfahren beruht auf der unmittelbaren ntnahme der organischen Verschmutzungsmittel auf ner gaschromatografischen Adsorptionskolonne von ei Meter Länge, die mittels einem porösen Polymer, m Tenax-GC, dessen Eigenschaften bemer- nswert sind, gefüllt ist. Die Produkte werden dann rückgewonnen und gleichzeitig chromatografisch ntersucht. Die Pieken müssen schließlich mit dem animeter behandelt werden.

Das Verfahren wurde erfolgreich angewandt in nem Falle von Verschmutzung, die durch in einem echbeschichtungsbetrieb eingesetzte Lacklösemit- l verursacht wurde. Eine große Anzahl Messungen onnte somit in unmittelbarer Nähe des Betriebes uerst vorgenommen und anschließend ausgewertet erden. Nachdem man sich über die Herkunft einer eser Substanzen nicht einig war (Benzol ist nämlich as gefährlichste der in Betracht gezogenen Ver- chmutzungsmittel), mußte das Problem gründlich ehandelt werden ebenso unmittelbar durch Ben- ndämpfe und Abgase verunreinigte Luft, die nreinheiten gewisser eingesetzter technischer ösemittel sowie schließlich die Abfälle des betref- enden Betriebes wurden nacheinander untersucht. uf Schlußfolgerungen aus diesen letzten Messungen ußte verzichtet werden ; denn das getestete her- ömmliche Entnahmeverfahren war nicht zufrieden- tellend.

Zum Schluß werden Präzision, Vor- und Nachteile owie die Anwendbarkeit des Verfahrens, das durch erschiedene technische Raffinessen in beträchtlicher Veise verbessert werden kann, einer kritischen Un- ersuchung unterzogen.

The method in question consists in sampling the organic pollutants directly on a gas chromatography adsorption column 3 metres in length, made of stainless steel and filled with a porous polymer possessed of striking properties — Tenax GC.

The products are then recovered and subjected to simultaneous determination by chromatography ; the areas below the peaks require to be determined finally by the use of a planimeter.

The method was successfully applied to the solution of a problem of pollution emanating from paints solvents used in a steel-sheet-coating plant. A good number of measurements were thus taken in the surrounding atmosphere and subsequently interpreted. A dispute arose in respect of the source of one of these substances — benzene, the most dangerous of the substances involved — and it was consequently necessary to study the problem in greater detail ; this required the successive analysis of the air polluted directly by petrol and exhaust fumes, the impurities of certain industrial solvents used, and finally the wastes discharged from the plant being investigated. In the event, it was impossible to draw any conclusions from these measurements, since the conventional sampling method which was tested proved to be unsatisfactory.

The article terminates by a critical review of the precision, the advantages, the disadvantages and the scope of application of this method, which can moreover be considerably refined by means of a number of technical modifications.

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION

La pollution de l'air par des vapeurs organiques a pris une importance croissante ces dernières années. La détection pose de sérieux problèmes étant donné notamment la multiplicité des polluants organiques possibles. Aussi, nous sommes-nous attachés à mettre au point une méthode générale de prélèvement, de récupération et d'analyse de routine des produits organiques présents dans l'atmosphère. Une étude critique nous a montré que la plupart des méthodes proposées dans la littérature ne permettent pas de réaliser quantitativement ces trois opérations.

Trois conditions ont imposé l'orientation de notre travail :

1 L'analyse détaillée des divers polluants nécessite l'utilisation de la chromatographie gazeuse.
2 Les mesures étant effectuées à l'immission, les concentrations rencontrées sont généralement inférieures au ppm.
3 Les polluants organiques peuvent appartenir à des classes de composés de types très divers tels que : hydrocarbures aliphatiques ou aromatiques, cétones, esters, alcools, etc... De ce fait, on utilise un détecteur à ionisation de flamme (FID) de préférence au détecteur à capture d'électrons (ECD).

Les faibles concentrations rencontrées et l'utilisation obligatoire du détecteur FID nécessitent d'effectuer un prélèvement permettant l'enrichissement des polluants.

Nous commencerons donc notre travail par la revue bibliographique des méthodes de prélèvement avec concentration des polluants organiques, des procédés de récupération éventuelle et des méthodes d'analyse chromatographique avec FID qui y sont associées.

2. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

21. Prélèvement avec concentration

Les différentes méthodes de prélèvement av concentration peuvent être regroupées en 3 gra genres, à savoir : les méthodes par cryogénie, méthodes par barbotage dans un solvant et méthodes par adsorption sur solide.

211. *Cryogénie*

Quelques auteurs [1-3] condensent un volume terminé d'air dans un piège cryogénique. Rasmuss et Hutton [4] précisent que le refroidissement d être très lent et très intense pour être efficace. utilisent un cryocondenseur spécial fonctionnant s batterie et récupèrent les produits par distillati fractionnée. Bertsch et coll. [5] affirment à juste tit que la principale difficulté de ces techniques refroidissement est due à la présence d'eau. Ca comme le font remarquer judicieusement Mieure Dietrich [6], l'eau est le principal constituant de l' ambiant normal après les gaz permanents. A 25°C 50 % d'humidité relative, un litre d'air contient pl de 11 mg de vapeur d'eau, soit environ 1 % 10.000 ppm. La conséquence en est qu'à côté d polluants organiques, on condense d'énormes qua tités d'eau, d'où il résulte un système à deux phas et des complications sérieuses lors des manipul tions. Si le refroidissement est énergique, il se fo mera même de la glace qui bouchera tout le systèm Un des avantages du procédé, par contre, est minimisation des réactions parasites d'oxydati et de polymérisation des produits, vu l'absen d'adsorbant et la basse température.

Un rendement convenable nécessite un appare lage relativement complexe, d'un emploi coûteux difficile sur le terrain. Cette méthode ne se justifie q dans les cas extrêmes : produits hautement volat ou même gazeux à température ordinaire, réactio secondaires possibles à la même température.

212. *Barbotage dans un solvant*

Zur Muehlen [7] a dissous des vapeurs d'alcools faible poids moléculaire dans l'eau et de dérivés logénés dans le trichloréthylène.

Comme l'observent Raymond et Guiochon [8], genre de procédé comporte de nombreux incon nients que notre expérience antérieure a par ailleu confirmés. Il est difficile de trouver un solva pouvant dissoudre quantitativement toutes les peurs dans le cas d'une grande diversité de consti

ts. Pour cette raison et afin d'augmenter le rende-ent, il faut installer plusieurs barboteurs en série *. ' concentration éventuelle de la solution avant nalyse peut s'accompagner d'une précipitation sé-ctive et de pertes sévères des constituants les plus agiles ou les plus volatils, donc d'une chute sérieuse ı rendement. De plus, le pic du solvant peut asquer ceux de certains constituants. La technique t donc complexe, longue, délicate à mettre en uvre et finalement peu rentable, même si elle a vantage d'éviter la phase de récupération avant nalyse, puisqu'elle permet l'injection directe d'une rtie aliquote de la solution obtenue dans le chro-atographe.

13. *Adsorption sur solide*

131. *Adsorption directe sur la colonne analytique*

Seuls Williams et Umstead [9] appliquent cette chnique. Il concentrent, à température ordinaire, s dérivés halogénés (10 ppb - 2 ppm) par adsorp-on sur une colonne de chromatographie gazeuse mplie de Porapak Q ou S 80-100 mesh. Ils ne onnent cependant aucun détail supplémentaire sur ur méthode de prélèvement, qu'ils affirment avoir ilisée de manière courante pour des études de pol-tion de l'air.

132. *Adsorption sur cartouche*

Le principe de ce type de méthode consiste à faire sser un volume d'air déterminé sur un lit adsorbant contenu dans une cartouche métallique u en verre. L'adsorption des polluants contenus ns l'air est effectuée, soit à température ordinaire, it à basse température afin éventuellement d'amé-rer le rendement.

Les adsorbants utilisés, qui sont de différents ty-s, sont étudiés séparément. On trouvera dans les bleaux II et III, pour chaque adsorbant utilisé, la ture des produits prélevés ainsi que les rendements obaux obtenus par les différents auteurs.

Adsorbants minéraux

el de silice

Plusieurs chercheurs [10-16] affirment avoir ob-nu des rendements élevés avec ce produit classi-ue. Certains [10] ont cependant dû le refroidir avec n mélange carboglace-acétone pour y arriver. D'autres [12] doivent employer un préfiltre à tamis moléculaire 5A pour essayer d'éliminer la vapeur d'eau.

Des chercheurs soviétiques [17] ont utilisé du gel de silice refroidi à —50°C pour le piégeage de vapeurs de styrène et d'ACN dans l'atmosphère d'une usine de polystyrène.

Celite (terre de diatomée)

Cropper et Kaminsky [11] prélèvent également, à température ordinaire, sur Celite prétraitée et imprégnée d'un mélange d'élastomère siliconé E-301 et de polyéthylène glycol 400, la cartouche se présentant comme une courte colonne de chromatographie gaz-liquide. L'avantage d'un tel procédé est sa souplesse : on peut prélever sélectivement les substances par le choix de la phase liquide. Néanmoins, ces chercheurs avouent avoir enregistré d'importantes pertes, notamment de benzène, sur ce type de cartouche stockée pendant 24 h. Janak et coll. [18] reprennent le même principe, mais en l'exploitant plus à fond avec une cartouche se présentant comme une grosse seringue et en utilisant la méthode d'équilibre chromatographique. Ils prélèvent jusqu'à atteindre, pour chaque composé, la concentration d'équilibre entre les phases gazeuse et liquide. Grâce aux différences entre les coefficients de partition et entre les volatilités, ils parviennent à concentrer sélectivement les produits intéressants.

En effet, si la volatilité d'un produit est faible et par là sa concentration dans l'air peu élevée, par contre son coefficient de partition sera élevé et l'effet de concentration sur la cartouche sera important. Cet équilibre entre des substances de masses différentes fournit des pics comparables malgré la disparité des teneurs atmosphériques. Ceci permet, en fin de compte, de déterminer les faibles concentrations avec plus de précision, car le surfaçage des pics est plus précis [19], à supposer qu'on doive encore employer une méthode dont la précision dépend de la grandeur des pics (planimètre). Notons cependant que cette méthode ne s'applique pas au prélèvement quantitatif de mélanges complexes, dans lesquels on rencontre une grande variété de températures d'ébullition et de concentrations, car il est impossible d'atteindre l'équilibre pour tous les composés [47].

Anhydrone

Dmitriev et Kitrosskii [20] ont utilisé de l'anhydrone (perchlorate de magnésium anhydre) refroidi dans l'oxygène liquide pour piéger des gaz d'échappement de moteur. Ils ont pu ainsi détecter 62 produits de nature très différente : hydrocarbures, alcools, aldéhydes, cétones et phénols.

* Il convient de tenir compte également du danger inhérent à la toxicité de certains solvants.

Chromosorbs minéraux (supports de G.C.)

Williams [21] adsorbe sur Chromosorb P partiellement désactivé au di-n-butylphtalate et refroidi à — 80°. Aue et Teli [22] n'obtiennent que de faibles rendements, surtout pour les légers, même avec deux cartouches en série contenant du Chromosorb minéral imprégné de silicone. Il est vrai qu'ils prélèvent de 10 à 30 litres/min.

Adsorbants organiques

Un des principaux handicaps des adsorbants minéraux est leur affinité pour la vapeur d'eau qui provoque leur désactivation rapide. Leur utilisation implique donc l'élimination la plus complète possible de l'humidité de l'air avant son passage sur la cartouche.

L'élimination de l'eau par condensation sélective étant compliquée et peu efficace, on utilise des desséchants. Cette solution est toutefois rejetée par Schultz et coll. [23] du fait de l'adsorption partielle des vapeurs à analyser sur le desséchant. Ces diverses raisons expliquent l'emploi de plus en plus prépondérant des adsorbants hydrophobes.

Adsorbants à base de carbone

Charbon de bois

Divers auteurs [24-26] emploient un simple tube ou filtre de charbon de bois. Grob [25], en particulier, aspire sur un petit filtre contenant 25 mg de charbon de bois, 250 à 25.000 litres d'air à un débit de 2,5 litres/min. Si dans ces conditions, il détecte, en utilisant un FID, des substances dont la teneur dans l'air est inférieure au ppb, les rendements d'adsorption sont très médiocres.

Charbon actif

Smith et Grant [27] démontrent, par des tests de pouvoir rétenteur, la supériorité du charbon actif sur le gel de silice et les tamis moléculaires pour le prélèvement global des polluants gazeux. Ils arrivent à adsorber du méthane en refroidissant la colonne de charbon actif à la carboglace. Ils reconnaissent toutefois que des réactions parasites semblent se produire entre l'adsorbant et certains gaz oxydants comme NO, NO_2, O_3. Turk et coll. [28], par contre, montrent l'absence d'isomérisation d'oléfines. Beaucoup d'autres chercheurs [29-33] ont encore utilisé le charbon actif, mais souvent pour étudier la récupération des produits adsorbés — envisagée plus loin — plutôt que l'adsorption, qui donne généralement de bons résultats.

Noir de carbone graphitisé

Raymond et Guiochon [8, 34] ont démon l'adsorption quantitative sur noir de carbone gra tisé de vapeurs de phtalate de diméthyle pour concentrations comprises entre 0,02 et 4,5 ppm à débit de 100 ml/min. Ils soulignent avec rai l'avantage très grand de ce produit, qui est plus moins celui de tous les adsorbants organiques : l inertie vis-à-vis de CO_2 et surtout de l'eau, ce élimine le délicat problème de l'interférence de l' midité. En le refroidissant à l'azote liquide, Brune coll. [35] ont même obtenu une bonne adsorption oléfines de C_1 à C_6.

Tamis moléculaire carboné

Le Carbosieve est produit par cracking thermi de chlorure de polyvinylidène. Malgré sa gra surface spécifique (1.000 m²/g) et sa grande stab thermique, cet adsorbant n'est guère utilisé. Sa t grande réactivité avec les produits volatils ambia impose des précautions exceptionnelles pour sa nipulation, sa régénération et son stockage [36].

Polymères poreux

Beaucoup d'auteurs exploitent, dans le domaine l'adsorption organique, les intéressantes propri spécifiques de ces supports pour chromatograp gazeuse apparus ces dernières années : capa d'adsorption élevée à température ordinaire, tout permettant une récupération aisée par simple ch fage [5]. On trouvera dans le tableau I, tiré princ lement d'une étude de Dave [37], la nature quelques propriétés importantes des différents p mères poreux actuellement disponibles sur marché.

Porapaks

Un certain nombre de chercheurs utilisent ces duits. Ils ne parlent malheureusement guère de le rendements. La plupart emploient le Porapak Q [38, 40] ; Legget et coll. [39] lui préfèrent la var Q - S traitée au silane, sur laquelle ils prélèvent hydrocarbures au-dessus de C_4 et leurs dérivés. aspirent 10 litres d'air à un débit compris entre 0, 1 litre/min pour descendre en dessous du ppb. Ja et coll. [38] emploient aussi le Porapak P. L'utilisa de cet adsorbant est toutefois critiquée par Zla [36] du fait de sa faible stabilité thermique qui se limitée à 200°C.

Chromosorbs organiques

Schultz [23] emploie les Chromosorbs 101 et pour adsorber les produits organiques volatils l'orange. Dravnieks et coll. [41] aspirent env

Tableau I

NATURE ET PROPRIETES DES POLYMERES POREUX [37]

Polymère poreux		Nature	Surface spécifique Sp (m^2/g)	Diamètre moyen des pores $\overline{dp}$ (Å) [49]	T° maximale d'utilisation (°C)
Chromosorb	101	STY-DVB	50	3500	275
	102	STY-DVB	300—400	85	250
	103	PS réticulé	15—25	3500	275
	104	ACN-DVB	100—200	700	250
	105	Polyaromatique réticulé	600—700	500	250
	106	PS réticulé	700—800		250
	107	Ester acrylique	400—500		250
	108	Ester acrylique	100—200		250
Porapak	P	STY-DVB			250
	PS	P silanisé			250
	Q	EVB-DVB	840	74,8	250
	QS	Q silanisé	840		250
	R	Vinyl pyrollidone	780	75,6	250
	S	Vinyl pyridine	670	76	250
	N	Vinyl pyrollidone	437		190
	T	EGDMA	450	91,4	190
PAR	1	Polyaromatique réticulé	100	200	250
	2	Polyaromatique réticulé	300	90	250
Tenax-GC		Poly (2,6-diphényl-p-phénylène oxyde)	18,6 [51]	1440 [51]	375—400

0 litres d'air pollué par le trafic à un débit de litres/min dans une cartouche contenant 5 g de hromosorb 102, 60-80 mesh. Perry [43] aspire 5 litres d'air similaire sur 0,3 g de 102 également. hadoff et coll. [42] concentrent des vapeurs de bis chlorométhyl) éther au niveau ppb sur du 101. Enfin, Mieure et Dietrich [6] préconisent l'emploi du 101 our les composés acides ou neutres et du 105 pour s légers. Ils aspirent 5 à 20 litres d'air à un débit ompris entre 0,5 et 2 litres/min sur 0,2 à 0,5 g 'adsorbant. La stabilité de leurs échantillons est de lusieurs semaines. Tous ces auteurs affirment avoir btenu des rendements élevés, mais aucun ne donne es valeurs précises.

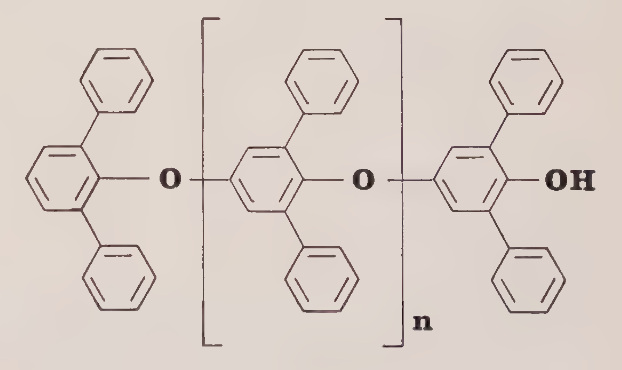


Fig. 1 — Poy (p-2,6-diphényl-phénylène oxyde) ou Tenax-GC

enax-GC

Le Tenax-GC est un nouveau polymère poreux à ase de 2,6-diphényl-p-phénylène oxyde (fig. 1).

Le produit a été développé par AKZO Research aboratories ; il est commercialisé par Enka N.V. des ays-Bas et distribué par Applied Science Laboratoies, Inc. Zlatlis et coll. [36] sont les premiers à en xploiter les remarquables propriétés spécifiques : *compromis adsorptivité - désorptivité excellent, stabilité thermique exceptionnelle* (voir tableau I), *en plus du caractère hydrophobe et de l'inertie chimique vis-à-vis des polluants.* Après avoir pris et analysé, pendant 15 mois, 150 échantillons d'air pollué organiquement, avec des débits variant entre 30 et 1.000 ml/min [5], ils sont à même de déterminer le rendement d'adsorption du Tenax *pour des débits allant de 50 à 200 ml/min,* ce qui représente pour eux le meilleur compromis entre le rendement d'adsorption

et la durée de prélèvement. * *Au niveau ppb, les rendements sont supérieurs à 90 % pour les composés s'éluant après le benzène* sur colonne capillaire d'Emulphor ON 870, sauf toutefois pour la benzaldéhyde et l'acétophénone. Les rendements sont moins bons pour les oléfines et les alcanes en dessous de C_{10} et qui sortent avant le benzène. D'autre part, leurs échantillons ont une stabilité de 4 mois.

Ces chercheurs confirment leurs importantes constatations en analysant l'atmosphère de Skylab 4 [44]. Ils aspirent environ 100 litres d'air à un débit de 115 ml/min dans deux tubes en verre contenant un faible volume de Tenax-GC et montés en parallèle. Ils détectent ainsi 300 produits dont 107 ont pu être identifiés par spectrographie de masse.

Mieure et Dietrich [6] ont, quant à eux, aspiré sur Tenax-GC, 60-80 mesh, dans les mêmes conditions que sur les Chromosorbs 101 et 105 (Voir plus haut). Ces auteurs recommandent l'emploi du Tenax pour les composés basiques, les neutres et les lourds. Versino et coll. [45] ont obtenu un *rendement d'adsorption quantitatif* à 20° *pour l'acétone* (Eb. 56°C), l'hexane (Eb. 69°C), l'éther de pétrole, le diphényle, la diphénylamine et l'o-crésol, par adsorption sur une cartouche contenant 2,5 g de Tenax 60-80 mesh (30 m^2/g). Il faut cependant ajouter qu'ils prélèvent *à un débit de 0,5 ml/min,* ce qui nécessite environ une semaine pour obtenir 5 litres d'air pollué par les gaz d'échappement à une concentration totale située entre 0,3 et 2,6 ppm. Enfin, Janak et coll. [46], appliquant leur méthode au Tenax, vérifient que l'effet de l'humidité est insignifiant sur les propriétés d'adsorption de ce produit. Cette constatation est confirmée par Novotny et coll. [47].

22. Récupération des produits adsorbés

221. *Extraction par solvant*

Le tableau II donne les différentes méthodes utilisées avec tous les renseignements souhaitables. L'usage fréquent du sulfure de carbone comme solvant se justifie principalement par sa réponse faible et rapide en chromatographie gazeuse. Remarquons essentiellement la diversité des méthodes employées — ce qui prouve la difficulté de réaliser l'opération valablement — et surtout des rendements observés. Ceux-ci ne sont d'ailleurs encore que des valeurs moyennes. En général, ils sont franchement médiocres.

On peut résumer les inconvénients de l'extraction comme suit :

* Ils peuvent identifier une centaine de composés par spectrographie de masse

— des manipulations délicates et souvent longue
— de nombreuses causes d'erreurs et d'imprésions (erreur au départ sur le volume de solva nombreuses pertes possibles, notamment p évaporation et transvasement, surtout en cas concentration, etc...) ;
— d'où des rendements non seulement souvent f faibles, mais encore très variables et surtout p reproductibles ;
— et, enfin, la gêne éventuellement provoquée p les pics du solvant et de ses impuretés éventu les, qui peuvent masquer certains produits sur chromatogramme.

Comme les rendements varient non seuleme avec le procédé et la nature de la substance à an lyser, mais encore avec la concentration, et qu' plus ils ne sont pas reproductibles, il est impossib d'appliquer un facteur de correction pour calculer quantité réellement présente dans l'échantillon.

Remarquons enfin qu'aucun chercheur n'emplo l'extraction sur polymère poreux.

222. *Désorption thermique*

2221. *Désorption en un stade*

Le principe de cette technique consiste à envoy directement dans la colonne chromatographiq d'analyse, les produits désorbés thermiquement de cartouche de prélèvement.

Cropper et Kaminsky [11] appliquèrent cet technique pour des études de pollution organique. montage, la méthode et les conditions opératoir sont décrits à la figure 2. Les applications et u étude critique sont données au tableau III.

Korzhova et coll. [17] emploient une métho analogue pour récupérer les vapeurs de styrène d'ACN adsorbées sur gel de silice en chauffant 200°. Dmitriev [20] libère similairement, par courant d'azote à 100°C, les produits organiques gaz d'échappement prélevés sur anhydrone. Tu [48] affirme que la désorption des polluants orga ques piégés sur charbon actif est considérableme améliorée par l'introduction d'un gaz étranger, p exemple des vapeurs de CCl4. Raymond et Guioch [8] doivent chauffer *à 400°C pendant 10 min* so Argon pour récupérer tous leurs produits prélevés *s noir de carbone graphitisé,* ce qui augmente consid rablement les risques de *dégradation thermique* d produits piégés. Pareille technique est donc à exclu d'autant plus que, même à une telle températu l'opération est encore loin d'être quantitative et q les rendements varient fortement avec les concent tions (tableau III). On aboutit donc à des conclusio analogues à celles de l'extraction par solvant. Brun

Tableau II

METHODES D'EXTRACTION

Adsorbant	Réf.	Solvant	Produits à extraire (concentration)	Technique	Durée	T°	Rendement d'extraction	Rendement global
l de silice	[12]	Isopropyl-benzène + eau	Benzène, toluène, xylène (> 1 ppm)	En récipient avec agitation	30 min	t_0		79,7 % ± 0,3 %
	[16]	Diméthyl-sulfoxyde	Hydrocarbures, alcools, esters, cétones, dérivés halogénés de P.M. faible ou moyen	En récipient avec agitation	2 h	t_0		93 — 104 % suivant produit
		— CS_2 — CS_2 + H_2O	Esters, cétones, dérivés halogénés de P.M. élevé Hydrocarbures aromatiques et aliphatiques	En récipient avec agitation	— 2 h — 2 h + 1 h	t_0 t_0		— 0 — 100,9 % — 5 — 101 %
romosorb néral prégné silicone	[22]	Pentane	Essence, gaz d'échappement, insecticides chlorés	Soxhlet puis concentration à 0,3 ml	15 min	36°		Médiocre
arbon de is	[24]	CS_2	Benzène, toluène, xylène Hydroc. chlorés (> 1 ppm)	En erlenmeyer avec agitation	10 min	t_0		80 — 120 % suivant produit et concentration
	[25]	CS_2	Organiques de C_6 à C_{20} dans l'air urbain : hydrocarbures, alcools, aldéhydes, cétones (1-50 ppb)	Soxhlet	30 min	75°	Avec 250 l d'air : Benzène : 84 % Toluène : 97 % Autres → $C_{12}H_{26}$: ≃ 100 % Avec 25.000 l d'air : très médiocre → C_{14}	Benzène : 74 % Toluène : 89 %
	[26]	CH_2Cl_2 (meilleur que CS_2, CH_3OH, C_6H_6, CH_3COCH_3)	(a) Furfural (b) Alcool furfurylique	En fiole avec agitation	> 1 h	t°	(a) 69 % (b) 76 %	(a) 60 % ± 2 %
arbon tif	[29]	CS_2	Toluène, styrène, M.E.C., T.C.E. ...	En fiole avec agitation	1 h	t_0		30 — 94 % suivant prod. et concentr.
	[30]	CS_2	Solvants org. industriels (≥ 1/2 TLV)	En tube centrifuge, avec agitation	30 min	t_0	48 — 101 % suivant prod. et concentr.	
	[31]	CS_2	Hydroc. benzéniques et chlorés				non donné	
	[32]	Acétone ou éther éthylique	Organiques dans l'air industriel (Diacet. alc., dibutylphtalate...)	Elution en sens inv. du prélèv., avec concentr. à 0,5 ml	1 h	t_0	non donné	

Tableau III

METHODES DE DESORPTION THERMIQUE

Méthode	Description	Applications		Rendement et critique
		Adsorbant	Produits adsorbés-désorbés	(A) Avantages (I) Inconvéni
Désorption en un stade				
Cropper et Kaminsky	fig. 2 [11]	— Gel de silice prétraité — Célite prétraitée et imprégnée	— Hydroc. arom. et dérivés — Cyclohexane et dérivés $\geqslant$ 1 ppm	(A) — Méthode très simple et t pide (I) — Rendement global 60-1 suiv produits — Difficulté d'obtenir une de base convenable
Raymond et Guiochon	— Montage analogue à la fig. 2 — 400°C pendant 10 min sous Ar [8]	Noir de C graphitisé	(a) Etalons de phtalate de diméthyle $0{,}02 \leqslant$ conc. $\leqslant 4{,}5$ ppm (poids) [8] (b) Hydroc. arom subst. dans l'air urbain 700 μg/m³ [8] (c) Hydroc. en C_xH_x [34]	Idem que ci-dessus (I) — Rendement de récup. po 73,5 % $< \eta <$ 104 % conc — Dégradation probable beauc de produits à cette
Janak	fig. 3 [38, 18]	Célite imprégnée de silicone E.301 [18]	— Benz., tol., xyl., acét., méthanol → ppb [18] — Benz., chlorobenz., nitrobenz. (traces) [19]	(A) — Méthode très simple et t pide — Bonnes ligne de base et ration (I) — Rendement inconnu — Selon [5], la partie la plus tile serait perdue — Selon [5], non applicable grand volume
		Porapak P et Q [38]	Halothane 10-50 ppm	
		Tenax-GC [46]	Acétone : quelques ppm	
Mieure et Dietrich méth. A, B, *B modifiée*	fig. 4 [6]	Chromosorb 101 Chromosorb 105 Tenax-GC	Hydroc. et dérivés 0,01-10 ppm	(A) — Montages les plus simple — Méthodes très simples e rapides (I) — Rendement inconnu — Difficulté d'obtenir de b ligne de base et sépar surtout mode A — Suggestion pour améliore gaz porteur après déso pendant un temps très co
Désorption en deux stades				
A. Piège dans le chromato Zlatkis	fig. 5 [36, 5]	Tenax-GC	Atm. urbaines [5,36], surtout : — alcanes — arènes, alkylarènes	(A) — Bonnes ligne de base et ration (I) — Rendement inconnu — Appareillage assez compl — Méthode assez longue — Autocritique [5] com tions provenant de densations intempestives 1) de prod. à anal. dans nexions, d'où pertes et im sion ; 2) de vapeur d'eau, bouchage Remède serpentins c fants
			Atm. Skylab 4 : — hydrocarbures — dérivés (ppb-ppm) [44]	

ovotny	[47]	Tenax-GC	Hydroc. et dérivés	(A) — Appareillage et méthode en princ. assez simples (I) — Schéma absent — Réalisation pratique ? — Rendement ?
Piège hors u chromato *ersino*	fig. 6 [45]	Tenax-GC	Prod. org. divers — en mél. standard — dans air pollué par gaz d'échappement 0,3-2,6 ppm	(A) — Ligne de base parfaite — Rendements élevés ⩾ 90 % (I) — Appareillage compliqué — Méthode longue — Condensations et conséquences (voir ci-dessus), mais moins gênantes grâce au chauffage connexions (indispensable car connexions plus longues) et au diamètre intér du piège plus grand

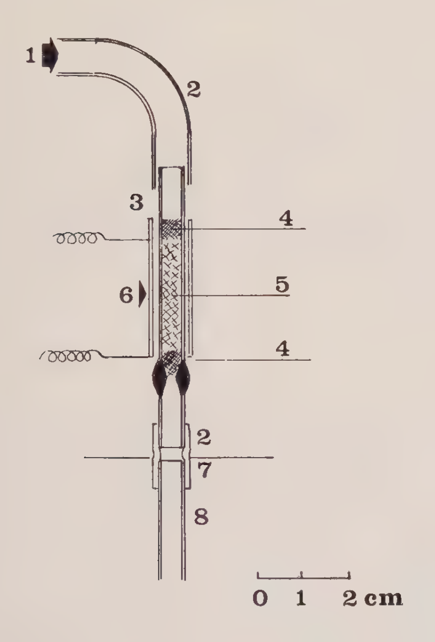


Fig. 2. — Désorption thermique en un stade méthode de Cropper et Kaminsky [11]

1 Gaz porteur : 1 : 1 H_2/N_2 50 ml/min
2. Caoutchouc siliconé
3. Cartouche d'adsorption
4. Laine de verre
5. Adsorbant
6. Chauffage électrique
7. Début du four chromatographique
8. Colonne chromatographique d'analyse

Opérations et conditions :
— Chauffage de la cartouche pendant 2 min
— Gaz porteur après 1 min pour transférer les produits dans la colonne.

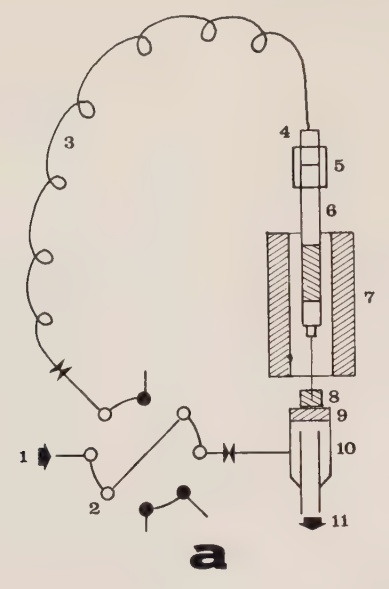
et coll. [35] n'ont d'ailleurs obtenu qu'un rendement de récupération de 62 % pour l'éthylène et de 70 % pour l'éthane sur le même support. Perry et Twibell [43], enfin, chauffent à 130° et font passer le gaz porteur pendant 5 s, pour récupérer 5 % des produits. Après élution, ils répètent la même opération et, à la troisième fois seulement, ils analysent. Par rapport à la technique de Cropper et Kaminsky, leur méthode, outre qu'elle est plus complexe et plus lente, présente les mêmes inconvénients et un plus grand risque d'erreur.

Janak et coll. [18, 38] opèrent de manière similaire pour transférer les produits adsorbés sur leur cartouche-seringue. La technique utilisée par ces auteurs est schématisée dans la figure 3.

Nous renvoyons au tableau III pour les applications et une appréciation de la méthode.

Ce sont Mieure et Dietrich [6] qui proposent les montages les plus simples pour effectuer cette désorption en un stade par intégration au chromatographe de la cartouche contenant un polymère poreux et fonctionnant ainsi déjà comme une pré-colonne de chromatographie gazeuse (fig. 4).

Dans le montage A, la cartouche et la colonne sont portées à la même température, ce qui implique d'utiliser la même phase. En effet, dans le cas contraire, il y a risque d'élargissement de certains pics, voire de recombinaison, et il en résultera toujours une perte de résolution. On est donc souvent limité au point de vue température de désorption, à cause des limites de stabilité thermique généralement assez basses des phases de chromatographie gazeuse. Comme les temps de rétention sont en général assez longs sur polymère poreux, la méthode n'est valable



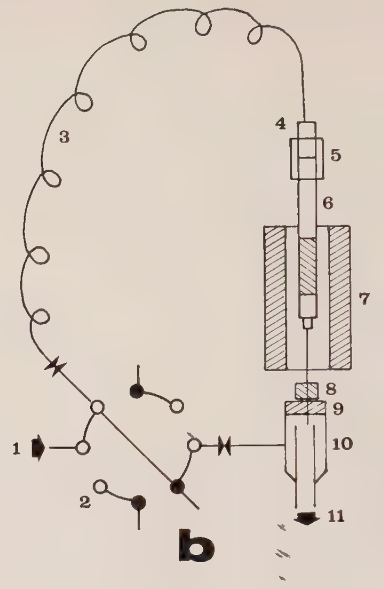


Fig. 3. — Désorption thermique en un stade méthode de Janak et coll. [38]

1. Gaz porteur : N_2
2. Vanne à 8 voies
3. Capillaire en Cu
4. Raccord
5. Joint en caoutchouc
6. Cartouche de prélèvement placée en sens contraire du prélèvement
7. Four
8. Rondelle en caoutchouc
9. Septum
10. Entrée du chromatographe
11. Vers la colonne analytique

Opérations et conditions
a) Désorption par chauffage à 180° pendant 2 min
b) Percement de la rondelle en caoutchouc et du septum.

Passage du gaz porteur dans la cartouche pendant 10 s po transférer la masse à analyser en bloc en tête de la colonne rest froide. Enlèvement de l'aiguille

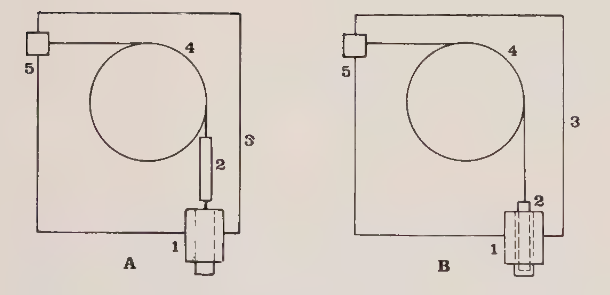


Fig. 4. — Désorption en un stade méthode de Mieure et Dietrich [6]

1. Injecteur
2. Cartouche de prélèvement placée en sens inverse du prélèvement
3. Four du chromatographe
4. Colonne analytique
5. Détecteur

Montage A : Chauffages simultanés cartouche et colonne
— Etablissement du flux de gaz porteur
— Désorption et chromatographie simultanées par chauffage à l'aide du four chromatographique.

Montage B : Chauffages séparés cartouche et colonne
— Placement de la cartouche dans l'injecteur modifié
— Etablissement du flux de gaz porteur
— Chauffage et désorption pendant 1 à 5 min à la température voulue
— Transfert simultané des produits désorbés en tête de la colonne maintenue froide, où ils se condensent.

que pour les composés pas trop lourds. De plus, el n'est pas applicable à des colonnes capillaires car le produits entrent chauds dans une colonne chaude s'éluent donc plus rapidement, ce qui fait perdre e grande partie l'intérêt de ces colonnes. En outre, po provoquer une désorption suffisamment rapide, faut chauffer généralement à une température nett ment supérieure à la température d'analyse, ce q provoque, d'une part, un vieillissement rapide d colonnes et, d'autre part, une nette diminution de séparation.

Le montage B s'imposera donc en cas d'adsorptic trop énergique sur la cartouche, nécessitant u température de désorption plus élevée, donc pour l composés lourds (T° Eb. ⩾ 300°, selon les auteurs Dans ce cas, seul le Tenax-GC semble conver jusqu'à présent (tableau I). Ce montage s'impo également quand deux adsorbants différents so utilisés pour réaliser, d'une part, la concentration s la cartouche et, d'autre part, l'analyse. Il en sera même quand des régimes de température différen sont nécessaires pour la désorption et l'analyse chaque fois qu'il se posera des problèmes au nivea de la séparation. En particulier, les colonnes cap laires nécessiteront ce type de montage. Nous re voyons au tableau III pour les applications et u appréciation de cette méthode.

222. *Désorption en deux stades*

Nous venons de montrer que, quand se posent des :oblèmes particuliers au niveau chromatographi-ue, notamment avec des colonnes capillaires, il faut ansférer les produits désorbés aussi rapidement que ossible en tête de la colonne froide. Il faudrait donc :

- séparer la désorption et la chromatographie ;
- séparer la désorption et le transfert, puisque la désorption prend toujours un certain laps de temps.

Cela exclut toutes les méthodes précédentes, sauf elle de Janak. La méthode B de Mieure et Dietrich ourrait convenir à condition de la modifier en n'éta-issant le débit de gaz porteur qu'après la désorption pendant un temps très court. Un certain nombre de hercheurs sont précisément confrontés à des analy-es détaillées d'atmosphères urbaines et industriel-s, qui nécessitent des colonnes capillaires pour la paration et le dosage, ainsi qu'un spectrographe de asse pour l'identification. Ils sont ainsi amenés à troduire un stade supplémentaire lors de la récupé-tion, par adjonction d'un piège cryogénique. Cela orte à trois le nombre des éléments de base du ontage, soit dans l'ordre : la cartouche, le piège yogénique et la colonne chromatographique. La ésorption thermique peut être réalisée de deux fa-ons différentes : utilisation, soit des éléments hauffants du chromatographe lui-même, soit de oyens de chauffage extérieurs au chromatographe.

Piégeage à l'intérieur du chromatographe

Zlatkis et coll. [36] sont les premiers à utiliser un stème similaire à celui décrit à la figure 5.

On trouvera dans le tableau III les systèmes ıxquels ces auteurs ont appliqué leurs méthodes ec les résultats obtenus. On remarquera que pareil océdé nécessite un appareillage et un mode opéra-ire assez sophistiqués, sans garantie de résultats uantitatifs. Aussi Novotny et coll. [47] ont-ils herché à les simplifier en utilisant les 15 premiers n de leur colonne capillaire refroidis dans l'azote quide, pour piéger les produits désorbés du Tenax ır chauffage pendant 5 min à 240°C sous hélium. alheureusement, aucun schéma et aucun rende-ent n'illustrent la réalisation de cette méthode à emière vue attrayante.

Piégeage hors du chromatographe

Versino et coll. [45] ont réalisé un montage so-histiqué qui leur a permis non seulement des dé-rminations quantitatives des produits piégés sur enax-GC, mais également d'utiliser les erformances maximales du chromatographe. Le héma du montage utilisé par ces auteurs est donné la figure 6.

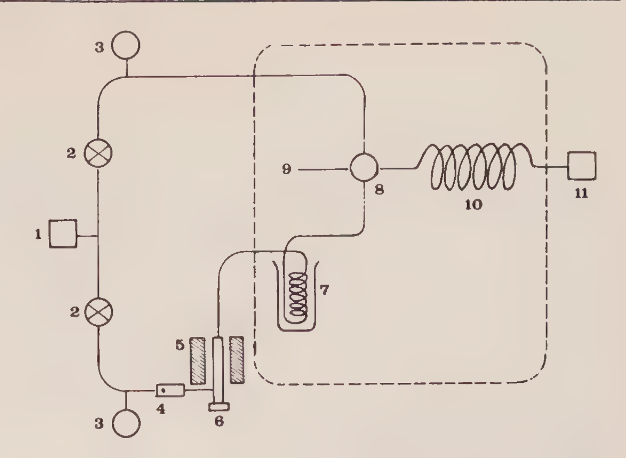


Fig 5 — Désorption thermique en deux stades, avec piège dans le chromatographe méthode de Zlatkis et coll [36]

1 He gaz porteur (3-7 ml/min) et gaz de purge (20 ml/min)
2 Vannes d'ouverture - fermeture
3 Régulateurs de pression
4 Rotamètre
5 Bloc injecteur
6 Entrée modifiée de l injecteur avec cartouche
7 Piège dans carboglace ou azote liquide constitué d une colonne capillaire de 3 m contenant la même phase que 10 et tenant lieu de pré-colonne
8 Vanne à 4 voies pour flux simultanés de gaz porteur et de gaz de purge
9 Sortie
10 Colonne analytique
11 Détecteur FID

1er stade : Désorption thermique des produits à 300° pendant 20 min sous gaz de purge pour les déposer au début de la pré-colonne.

2ème stade : Sous gaz porteur, transfert des substances du piège à la colonne de séparation et chromatographie réalisés simultanément avec le four chromatographique

Le tableau III résume les renseignements supplémentaires intéressants. En bref, on peut constater que cette méthode, malheureusement longue et compliquée, semble donner des résultats très satisfaisants.

Il faut signaler que d'autres chercheurs ont déjà utilisé une méthode analogue, mais avec d'autres adsorbants que le Tenax-GC :

— Dravnieks et coll. [41] désorbent à 120° des produits piégés sur Chromosorb 102 et avouent une perte de 5 à 10 %.
— Schultz et coll. [23] désorbent à 175° pendant 12 à 35 min, des produits adsorbés sur Porapak Q et Chromosorbs 101 et 102 ; ils réchauffent le piège par de la glycérine à 140° ; leurs connexions sont maintenues à 140° par des blocs chauffants en aluminium.
— Legget et coll. [39] chauffent à 110° pendant 30 min une cartouche de Porapak Q-S et réchauffent le piège à 190°.
— Bourdin et coll. [40], enfin, chauffent à 100° pendant une heure une cartouche de Porapak Q et réchauffent le piège à 140°. Les rendements de récupération et les reproductibilités d'analyses sont médiocres pour plusieurs produits.

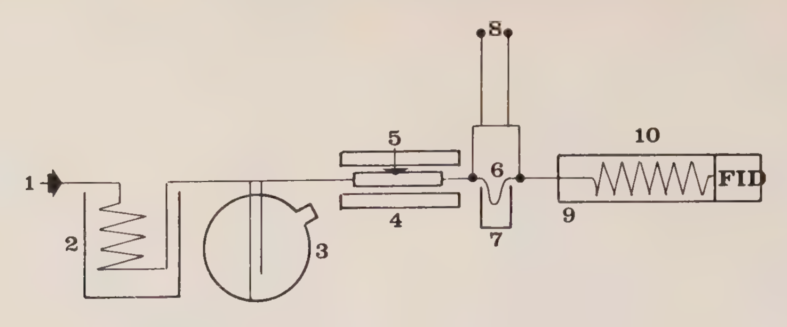


Fig. 6. — Désorption thermique en deux stades, avec piège hors du chromatographe : méthode de Versino [45]

1. Gaz porteur : He - 20 ml/min
2. Purificateur du gaz porteur
3. Système d'introduction d'étalons
4. Four de désorption
5. Cartouche de Tenax-GC montée en sens inverse du prélèvement
6. Piège : tube en U
7. Réfrigérant à - 180°C
8. Système de chauffage-flash
9. Entrée directe du chromatographe
10. Colonne analytique.

1er stade : Désorption thermique des produits à 250° pendant 3 min sous gaz porteur pour les transférer dans le piège.

2ème stade : Vaporisation flash par chauffage brusque du piège 300° et transfert en tête de la colonne chromatographiqu froide.

Tous ces auteurs refroidissent leur piège à l'azote liquide. Notons surtout qu'ils ont tous des problèmes de condensation indésirable et de désorption dont la température est limitée par la thermostabilité des adsorbants utilisés.

23. Analyse chromatographique

231. *Méthodes employées*

Le tableau IV donne les méthodes employées par les chercheurs récupérant les produits par désorption thermique qui constitue, comme nous l'avons vu, la seule méthode de récupération valable.

232. *Etude des matériaux de remplissage*

Dans notre cas, le nombre de produits à analyser ne justifiant pas l'utilisation de colonnes capillaires, nous pouvions nous contenter d'une colonne normale, le principal problème étant celui du matériau de remplissage.

2321. *Polymères poreux en général*

Ces dernières années, comme le fait remarquer Dave [49], les polymères poreux ont permis un progrès unique dans la technologie des colonnes de chromatographie gazeuse. Il est même devenu possible d'envisager la synthèse de polymères pour réaliser des colonnes sur mesure servant à des applications spécifiques.

D'après Hollis [50], c'est à leur *remarquable stabilité physique et chimique* et, ajoutons-le, au *bon compromis adsorptivité-désorptivité,* qu'on a dû la minimisation des traînées. Cette minimisation de l'étalement des pics a permis le véritable développ ment de la chromatographie gaz-solide et, en par culier, la séparation des molécules polaires. Ces pr duits conviennent pour séparer la plupart des ga inorganiques et toutes les classes de composés org niques. Ils se révèlent supérieurs aux phases class ques pour l'analyse des traces de glycols, polyol amines et mélanges de composés organiques et ino ganiques. Pour être utilisables en chromatograph gazeuse, ils doivent répondre à deux conditions i dispensables :

1°) la rigidité : leur structure globale doit conserv sa forme et un pourcentage élevé de sa surface l'usage lors du séchage ; cette qualité est obt nue par réticulation ;

2°) le degré de contraction entre l'état de fusion o de solvation complètes et celui de dessiccatio complète doit être aussi faible que possible et d toute manière < 50 %, pour minimiser les v riations de débit avec la température et, par suit la dérive de la ligne de base.

Cet auteur attire également l'attention sur l principaux dangers à éviter :

1°) la destruction de la colonne par atmosphère ox dante à haute température ou par chauffage e cessif ;

2°) la modification du polymère par des molécul organiques très lourdes ;

3°) les dépôts de sel provenant d'échantillo aqueux.

Dave [49] compare de manière approfondie l comportements chromatographiques d'un certa nombre de ces polymères réticulés en séparant u série de composés répartis en différentes classes. L principales conditions opératoires sont les suivante

Type de colonne	Réf.	Colonne			Gaz porteur	Chauffage-col.	Applications et Résultats
		Matériau	Longueur × d.i	Contenu			
Colonne = cartouche	[9]	Inox 1/4''	1,8 m × 4,8 mm	Porapak Q et S 80-100 mesh	He	100° - 210°C programme variable	Dér. halogénés 10 ppb - 2 ppm Erreurs ⩽ 8 % (détecteur micro-coulométrique)
Colonne ≠ cartouche A. Colonnes ordinaires	[11]	Verre	0,9 m × 4 mm	Célite 545 + liquides	1 1 H_2/N_2 - 50 ml/min	20° - 120°	Voir tableau III
	[18] [18] [19]	Inox Inox Verre	1,7 m × 6 mm 0,85 m × 6 mm 0,42 m × 7 mm	Célite 545 + 25 % Apiezon Célite 545 + polyéthyl glycol Célite 545 + 30 % E.301	N_2 - 48 ml/min N_2 - 50 ml/min	100° 70° 30° - 83°	Composés non pol. : tableau III Composés pol. : tableau III Tableau III
	[6]	Inox 1/8''	2 m × 2 mm	Chromosorb W 80-100 mesh + 5 % Dexsil 300 GC			Voir tableau III
	[45]	Verre 1/8'	2 m	Chromosorb HP 60-80 mesh + 5 % OV 101	He - 20 ml/min		Tableau III (Pas d'étude sur la séparation)
B. Analyse fine et colonnes capillaires	[8]	Verre	100 m × 0,4 mm	OV 101 (Supelco)	He	50° - 250° 2°/min	Tableau III Séparat. assez médiocre
	[6] [5] [36] [44]	SCOT Nickel Nickel Nickel	30 m × 0,5 mm 90 m } 2 × 90 m } 3 × 90 m } × 0,5 mm 180 m × 0,5 mm 180 m × 0,5 mm	 Emulphor - ON.870 Emulphor - O (poly-oxyéthylène glycol) Emulphor - ON.870	He { 3,5 ml/min; 8,5 ml/min; 6 ml/min } He 6,8 ml/min	50° : 15 min 50° - 170° 2°/min **t_0 et 80° :** 2 × 15 min 80° - 175° 0,5°/min 70° : 15 min 70° - 170° 2°/min	Résolut. 2 × meilleure que par colonne ordinaire Tableau III : ~ 100 composés identifiés par M.S. Air urbain, haleine Bonne résolution Tableau III 300 produits détectés
	[47]	Verre	40 m × 0,2 mm	Emulphor - ON.870	He	70° - 190°	Botanique

— colonnes en verre de 1,20 m × 3 ou 4 mm de diamètre intérieur ;
— gaz porteur : He — 50 ou 58 ml/min ;
— température maximale de la colonne : au moins 25 à 50° en dessous du maximum recommandé.

Les résultats, donnés en détails sous forme de tables des indices de rétention et de chromatogrammes, sont résumés au tableau V qui permet une certaine sélection d'un produit pour une séparation déterminée. Comme propriétés principales affectant l performances, l'auteur cite : la rigidité, l'état surface représenté par la surface spécifique (Sp) et diamètre moyen des pores (dp̄), la polarité et, général, l'affinité chimique avec les solutés. Si augmente (Sp diminue), la désorptivité augmen vis-à-vis de l'adsorptivité, l'analyse chromatograp que devient plus rapide et les valeurs de rétenti diminuent. D'un autre côté, les grains devienne plus gros et la colonne sera moins efficace [50]. faudra donc réaliser un *compromis durée-efficacité*

Tableau V

COMPORTEMENT CHROMATOGRAPHIQUE DE POLYMERES POREUX [49]

Classe des composés		Chromosorb			Porapak							Par	
		101	102	103	N	P	Q	R	S	T	Q-S	—1	—2
Paraffines	(C_5 - C_{12})	a	a	a	f	a	a	ae	a	aef	ae	a	a
Alcools	(C_1 - C_5)	ag	ag	ag	be	a	a	a	a	aeg	a	a	a
Cétones	(C_3 - C_6)	a	a	a	ae	a	a	a	a	ae	a	a	a
Ethers	(C_6 - C_8)	a	a	a	ef	a	a	ae	a	ae	ae	a	a
Chloroalkyls	(C_1 - C_3)	a	a	a	ae	f	a	a	a	ae	f	a	a
Glycols	(C_2 - C_4)	a	a	d	ae	a	b	be	be	e	ce	a	a
Aldéhydes	(C_2 - C_4)	a	a	a	ae	a	a	a	a	a	a	a	a
Acétates	(C_3 - C_5)	a	a	a	ae	a	ae	a	a	ae	a	a	a
Nitriles	(C_3 - C_4)	a	a	a	ae	a	a	a	a	ae	a	a	a
Amines	(C_1 - C_6)	c	c	a	c	c	c	c	c	c	c	c	c
Diamines	(C_2 - C_5)	c	c	a	c	c	c	c	c	c	b	c	c
Anilines		ef	ef	ae	c	ef	c	be	c	c	c	ae	c
Aryls		a	a	a	ae	a	a	e	a	e	a	a	a
Acides	(C_2 - C_6)	a	b	d	ae	a	b	a	c	ae	a	a	a

a bonne résolution sans traînage observable
b résolution assez bonne avec léger traînage
c résolution pauvre, traînage sévère
d adsorption complète
e temps de rétention relativement long
f efficacité pauvre sans traînage
g élargissement à basse température dû à la ramification des chaînes

2322. *Tenax-GC*

Depuis ces études, on a assisté ces dernières années au développement rapide de l'utilisation du Tenax-GC, qui émerge du lot pour son *exceptionnelle stabilité thermique* (tableau I) annoncée par le fabricant. Sakodynskii et coll. [51] l'ont confirmée, puisqu'ils n'ont enregistré aucune perte à 400°C. Ces chercheurs fournissent les valeurs de dp̄ et de Sp que nous avons reprises au tableau I et qui permettent d'expliquer les *valeurs de rétention généralement faibles* par rapport à celles des produits concurrents. Plus exactement, ils obtiennent des valeurs moindr pour des composés polaires et supérieures pour d non-polaires. Ce qui indiquerait que le Tenax *moins polaire* que d'autres polymères poreux. La s bilité thermique et la faible polarité du Tenax rende compte de son *excellent* comportement *pour la sép ration des composés polaires,* des substances *à h point d'ébullition* et, surtout, des composés qui mulent ces deux propriétés.

Néanmoins, l'état de surface laisse présager u *efficacité* de séparation *en général moins pronon* que pour d'autres matériaux.

Toutes ces propriétés sont confirmées dans un ar-
cle récent des chercheurs d'AKZO [52]. Ils obtien-
ent une *ligne de base stable après 2 h de condition-
ement.* Leurs expériences ont été réalisées sur co-
nne en forme de U, en verre, de 0,65 m × 2,5 mm
e diamètre intérieur, contenant du Tenax-GC 60-80
hesh et traversée par 15 ml/min d'azote. Ils
urnissent en particulier une intéressante étude au
ujet de l'influence de différents facteurs sur l'effica-
ité de séparation et la symétrie des pics. La première
e ces grandeurs est mesurée par le nombre de pla-
eaux de séparation calculé par :

$$N = 5{,}54 \left(\frac{dr}{l\ ^1/_2} \right)^2$$

ù dr = distance approximative de rétention
l $^1/_2$ = largeur du pic à mi-hauteur.

La symétrie des pics peut se mesurer à partir d'un
acteur d'asymétrie :

$$As = \frac{B}{2\,F}$$

ù B = largeur du pic à la ligne de base
F = largeur à hauteur de la ligne de base, de la partie frontale interceptée par la perpendiculaire abaissée du sommet du pic.

Pour un pic parfaitement symétrique, As = 1.

Les figures 7 et 8 illustrent respectivement 'influence de la masse injectée m et de la tempéra- ure de séparation sur l'efficacité de la colonne et la ymétrie du pic. On y a représenté l'efficacité de sé- aration par le nombre de plateaux par unité de lon- ueur de la colonne (N = nombre total de plateaux ; L = longueur totale de la colonne en m). La figure 7 nontre que, dans le cas précis du 1,4-butanediol par xemple, il existe une masse optimale à injecter de 2 g. Le domaine pratique se situera, toutefois, entre),5 et 10 µg, limite à ne pas dépasser. L'expérience rouve d'ailleurs que cela s'applique aux autres omposés. La figure 8 montre qu'il existe une tem- érature spécifique pour chaque substance qui ermet de réaliser le meilleur compromis entre l'effi- acité et la symétrie du pic. A trop basse température, e pic présente une traînée importante (T). L'aug- nentation de la température de la colonne permet l'obtenir un pic symétrique qui progressivement 'alourdit à plus haute température (R). Ce phéno- nène avait déjà été observé par Dave [37].

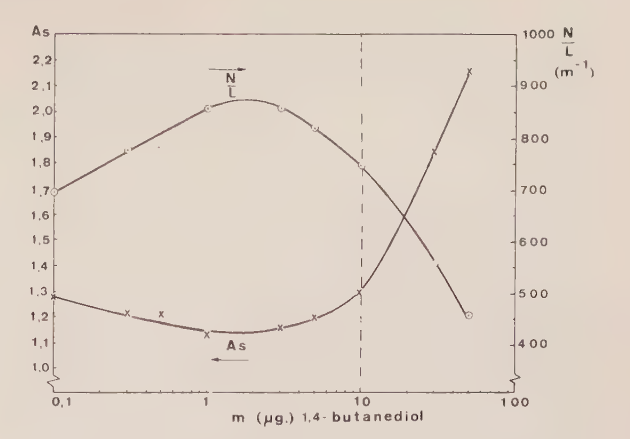


Fig. 7. — Influence de la masse injectée sur l'efficacité et la symétrie.

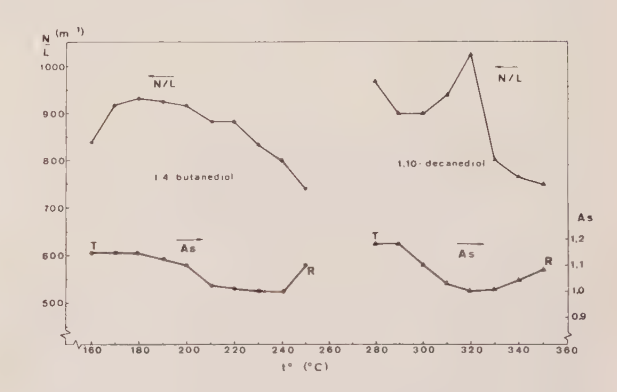


Fig. 8 — Influence de la température de séparation sur l'efficacité et la symétrie.

La symétrie des pics dépend également des facteurs suivants :

— la nature du soluté,
— le débit de gaz porteur,
— le matériau et le conditionnement-colonne,
— la taille des grains.

Toutes les autres conditions chromatographiques étant constantes, ces chercheurs ont observé une augmentation des traînées avec la diminution de la dimension particulaire. Cela se comprend puisque la surface spécifique augmente, donc l'adsorptivité et les risques d'adsorption résiduelle. En ce qui concerne la taille des grains, il faudra aussi réaliser un *compromis efficacité-symétrie.*

Ces chercheurs néerlandais ont également mis en évidence la diminution importante du temps de rétention avec l'augmentation de la masse injectée. Ce phénomène a été confirmé par Sakodynskii et coll. [51], qui l'expliquent à partir de l'hétérogénéité structurelle du Tenax. Remarquons qu'il fut observé aussi pour d'autres polymères poreux [53-55]. Le bulletin technique d'Applied Science Lab. [56] présente les résultats des séparations systématiques obtenues, pour la plupart, dans les mêmes conditions que dans l'article [52]. De ce bulletin, il ressort que

les composés polaires à hauts points d'ébullition pour lesquels le Tenax convient particulièrement bien sont :

— les alcools, diols, polyéthylènes glycols et phénols,
— les aldéhydes et les cétones,
— les acides dicarboxyliques et les esters,
— les amines et les amides.

D'après Daemen et coll. [52], il manifeste une sélectivité remarquable pour les chlorures et bromures d'alkyles. Il convient plus spécialement encore pour les diamines aromatiques et les nitro-anilines qu'ils n'ont pu séparer sur aucun autre polymère poreux. Van Wijk [57], qui a étudié l'usage du Tenax dans le laboratoire d'AKZO, a obtenu également d'excellents résultats pour les éthanolamines et les polyéthylènes glycols.

3. EXPERIENCES PRELIMINAIRES ET JUSTIFICATION DE LA METHODE UTILISEE

31. Prélèvement avec préconcentration

L'étude bibliographique et notre expérience de laboratoire nous ont décidés à choisir l'*adsorption* pour la première opération, puisque nous n'avions pas à prélever des produits très volatils. Le tout était de sélectionner l'adsorbant le mieux approprié. Nous avons d'abord testé la méthode classique au gel de silice refroidi. Le tube de prélèvement est représenté à la fig. 9 et le montage à la fig. 10. Le tube est en verre et ses dimensions sont données en mm.

La très grande affinité des gels de silice vis-à-vis de l'eau nécessite d'éliminer l'humidité de l'air avant son passage sur la cartouche de prélèvement. Après plusieurs essais, pour dessécher l'air, nous avons utilisé en série plusieurs tubes (200 × 24 mm) contenant du sulfate de calcium anhydre avec indicateur d'humidité (Sikkon bleu en grains de 1 à 3 mm, Fluka AG, Chemische Fabrik, 9470 Buchs, Suisse), suivis de deux tubes contenant de l'anhydride phosphorique sur grains de pierre ponce de 2 à 3 mm. Le tube de prélèvement était initialement refroidi dans l'azote ou l'oxygène liquide. Nous avons cependant rapidement abandonné ces fluides cryogéniques car on obtenait dans la cartouche une condensation partielle de l'air prélevé avec tous les ennuis que cela comporte. Nous avons alors utilisé le mélange isopropanol-carboglace qui permet d'obtenir une température suffisamment basse (— 77°C) permettant la condensation des substances organiques sans condensation de l'air. Ce mélange offre également d'autres avantages importants : on peut facilement le préparer à l'avance vu sa stabilité et il est inoffensif.

Le matériel de désorption utilisé a été décrit da une publication précédente [58]. Le chauffage éta effectué au moyen d'un petit four électrique porté 450°C pendant 5 min. Dans ces conditions, la tem pérature réelle observée au niveau de l'adsorbant la cartouche est de 250°C.

Nous avons dû abandonner cette méthode po plusieurs raisons. La première était la formatio d'anneaux de condensation due à l'humidité ré duelle et une humidification du gel de silice lors c prélèvement. Cette condensation intempestiv prouve qu'il n'est pas possible de dessécher l'air su fisamment, même avec le déshydratant le plus éne gique. C'est compréhensible, puisque, même si c obtient une déshydratation de 99 %, il reste enco de l'ordre de 100 ppm de vapeur d'eau dans l'air 25°C et 50 % d'humidité relative. D'où des pertes e

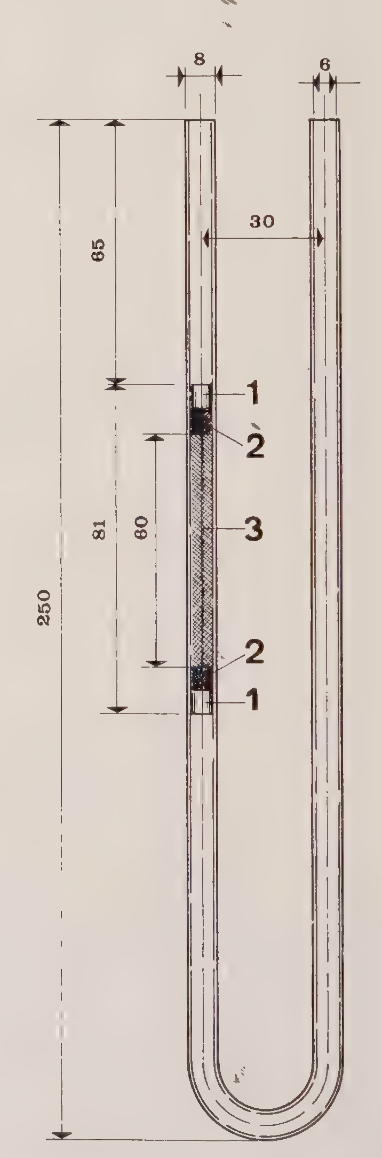


Fig. 9 — Tube de gel de silice pour le prélèvement et la p concentration.

1 Clips métallique
2 Laine de verre
3 Gel de silice Davison 912 (28-200 mesh - 800 m²/g).

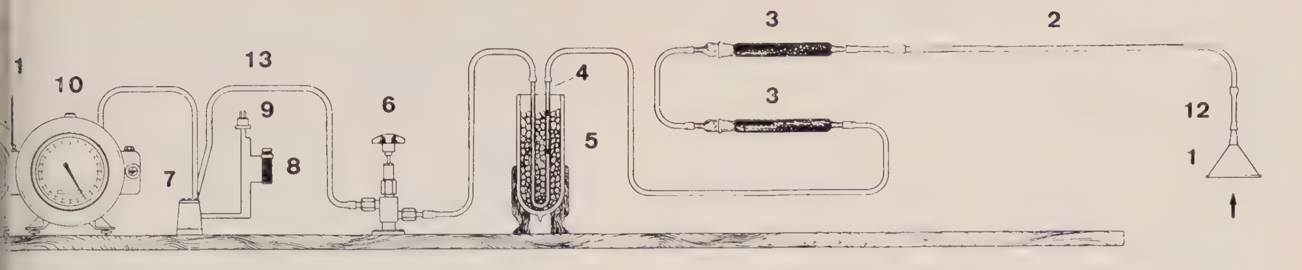


Fig. 10. — Montage de prélèvement avec préconcentration sur tube de gel de silice

. Entonnoir
. Tube en inox (8/6 mm)
. Tubes de desséchant
. Cartouche de prélèvement
. Dewar contenant le réfrigérant
. Vanne de réglage fin du débit
Pompe à diaphragme
. Résistance électrique variable (réglage grossier du débit)
. Prise de courant
Compteur volumétrique humide de précision (1 litre) (Metterfabriek, Dordrecht, Holland)
. Thermomètre
Tuyaux en Tygon (entre 1 et 6)
. Tuyaux en caoutchouc (entre 6 et 10)

ıpeurs organiques et une désactivation rapide du el de silice. En outre, les chromatogrammes obtenus ı aspirant de l'azote pur révélèrent une série de pics rt importants, même avec conteneur, colonne et ıromatographe purgés, tube en verre nettoyé au ılfo-chromique, clips lavés au chlorure de méthyne, laine de verre calcinée, bouchons (Tygon + erre plein) et tuyaux en Tygon lavés par un détergent pproprié. Il a donc bien fallu conclure à une contaıination par le plastique, même dans le cas du Tyon. Ces deux constatations entraînèrent l'exclusion e tout dispositif à l'amont de la cartouche de prélèement et l'emploi obligatoire d'un *adsorbant ydrophobe, donc organique.*

D'emblée, nous avons exclu les produits à base de ırbone, puisque l'étude bibliographique nous a ıontré qu'aucune méthode de récupération n'est alable. Il restait donc les *polymères poreux.*

Les thermogrammes de la figure 11 ont été obteus à la thermobalance Adamel (Creusot-Loire), moèle TH59-2 (Paris, France). La vitesse de chauffage ait chaque fois de 2,5°C/min. Ces courbes ne sont as rigoureusement exactes, car on n'a pas tenu ompte de la correction due à la poussée d'Archiıède. Néanmoins, elles fournissent une indication ssez précise sur la température maximale de stabilité ıermique de quelques polymères poreux parmi les us importants. En tout cas, elles confirment bien les aleurs tirées de la littérature (tableau I) et mettent en mière de manière définitive l'avantage prépondént du Tenax-GC sur les autres produits au point de ıe thermostabilité et, par conséquent, au niveau de désorption thermique. Aussi, avons-nous effectué ıelques essais de prélèvement avec cartouche mélique — dont on aura une vue à la figure 12 — ontenant environ 2 g de Tenax-GC 35-60 mesh.

Le corps de cette cartouche en inox avait 10 cm de longueur et 12 mm de diamètre intérieur. Le Tenax occupait 6 cm et deux bouchons de laine de verre le retenaient. Malgré les difficultés pour obtenir une ligne de base parfaite (joints en amiante...), ces essais confirmèrent l'excellent compromis adsorptivité-désorptivité du produit pour les vapeurs organiques. Aussi fut-il définitivement adopté pour le prélèvement.

32. Récupération

De nouveau, l'examen bibliographique et notre expérience antérieure du laboratoire nous ont fait adopter dès le départ la méthode de *désorption thermique* pour récupérer les produits prélevés. Nous avons d'abord testé une méthode analogue à celle de Cropper et Kaminsky [11] (fig. 12). Le four porté à 600°C permettait la désorption des produits à environ 300°C ; celle-ci durait de 3 à 7 min et s'effectuait sous azote pour transférer les produits désorbés dans la colonne. Nous avons dû renoncer à ce procédé car on sortait certains produits trop tôt et sans séparation. Ces produits étant chauds, ils s'éluaient directement à travers la colonne. De plus, on ne pouvait éviter une certaine durée dans le transfert vu la limitation en température imposée par les risques de dégradation thermique des produits à récupérer. Or, il faut — avons-nous vu — amener les produits (qui sont toujours chauds) en bloc en tête de colonne maintenue à température ambiante. Nous avons essayé alors une méthode avec piégeage intermédiaire inspirée de celle de Versino [45] (fig. 13).

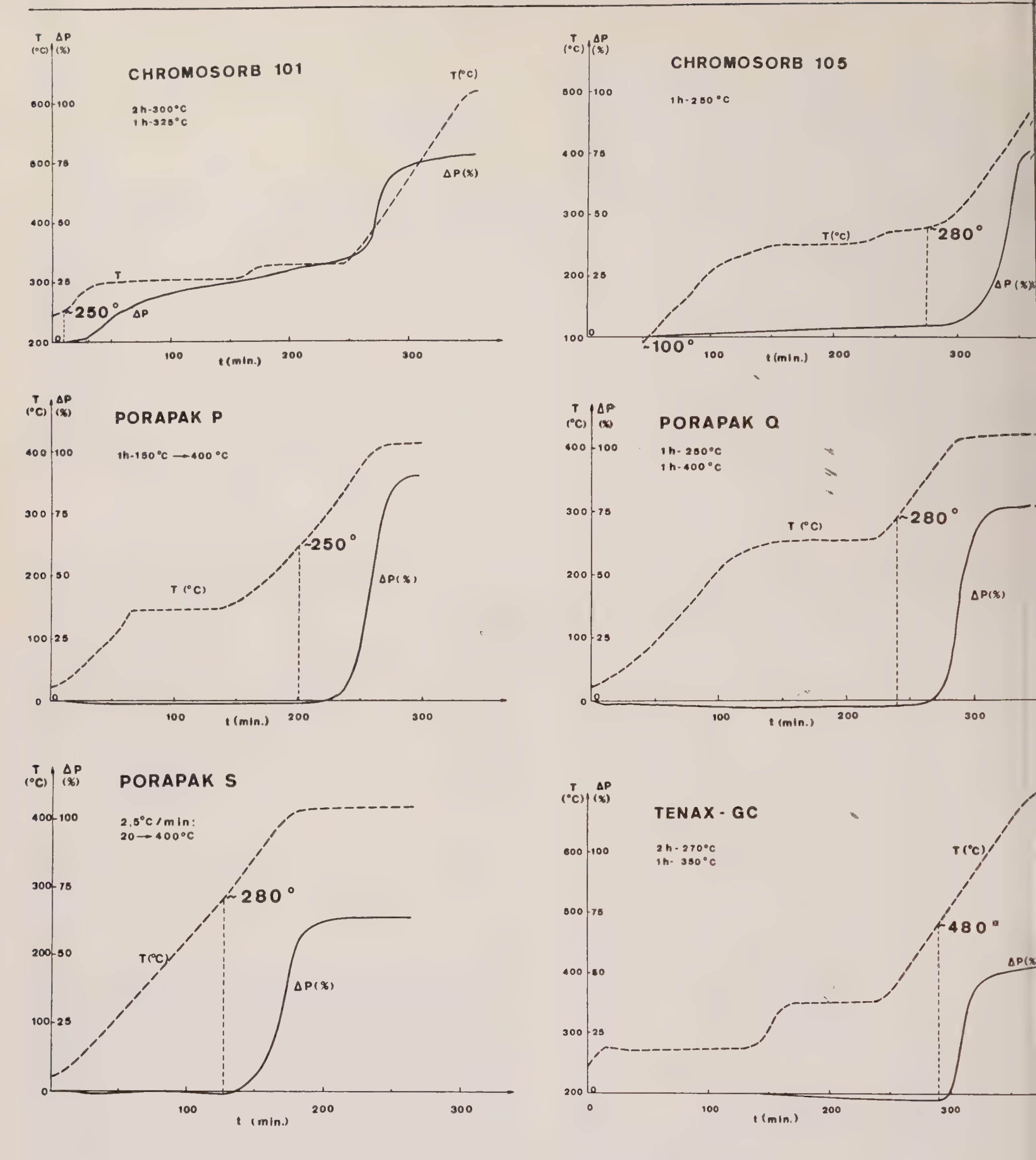


Fig 11 — Thermogrammes de quelques polymères poreux perte de poids relative et température en fonction du temps.

Il a fallu constater que cette méthode est non seulement complexe et fastidieuse, mais encore fort longue. Il fallait compter environ 1 h 30 avec les montées en température des fours, préparation de réfrigérant, etc... Ceci doublait pratiquement la durée d'une analyse, puisque la chromatographie elle-même prend environ 1 h 30 également. On en arrivait ainsi à au moins 3 h par analyse et deux analyses seulement par jour. Pour effectuer des prélèvements d'air pollué en continu, il aurait donc fallu travaill par période de 12 h, ce qui était long et aurait ren difficile la détection des pointes de pollution. De plu le chauffage des connexions n'était ni assez étendu assez direct et puissant pour empêcher parfaiteme les pertes de produits par condensation, d'où u cause d'imprécision. A ce stade, nous n'avions do *aucune méthode* de récupération vraiment *valable*.

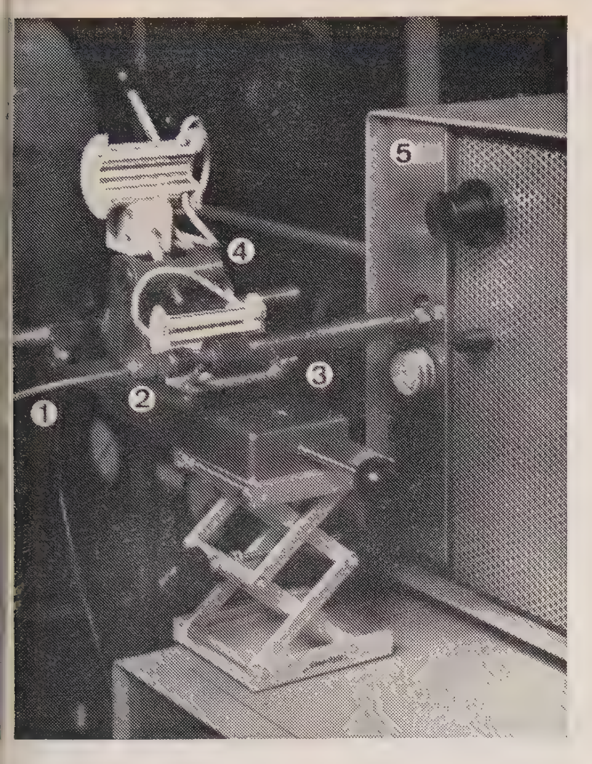


Fig. 12. — Désorption thermique en un stade.

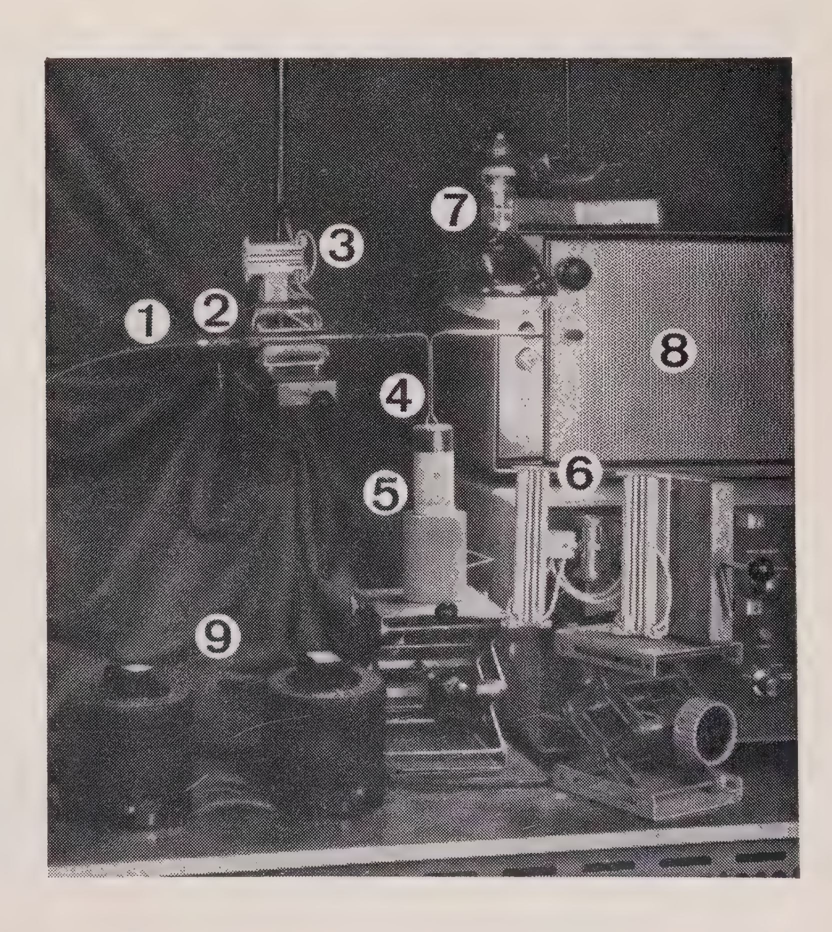
. Arrivée du gaz porteur (N_2)
. Swageloks
. Cartouche
. Four mobile Hösli
. Chromatographe PE.881.

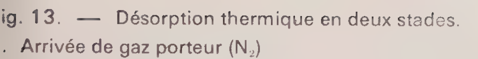
33. Analyse chromatographique

L'étude des articles a montré les avantages des *polymères poreux* et plus spécialement du Tenax-GC, comme matériau de remplissage des colonnes. Quelques essais préliminaires qualitatifs de séparation sur le Tenax nous ont permis de confirmer sa valeur chromatographique pour les produits qui nous intéressaient. Ces avantages ressortent parfaitement de la comparaison entre les figures 14 et 18. Nous avons donc adopté le *Tenax-GC*, également, comme matériau analytique.

En conclusion, on se retrouvait avec le Tenax-GC et pour le prélèvement en cartouche et pour l'analyse en colonne. Le problème qui restait en suspens était le transfert de l'une à l'autre. Or, nous n'avions pas de difficulté majeure de séparation : pas besoin d'employer une colonne capillaire ni de séparer désorption et chromatographie ni de séparer désorption et transfert. Il était, dès lors, tentant d'éliminer le transfert en prélevant directement sur la colonne analytique.

Deux grandes objections se présentaient. Premièrement, un solide finement divisé offre une résistance beaucoup plus grande au flux gazeux lorsqu'il est réparti sur quelques mètres que lorsqu'il l'est sur 6 cm. Autrement dit, la perte de charge sur une colonne est beaucoup plus grande que sur une car-





ig. 13. — Désorption thermique en deux stades.

. Arrivée de gaz porteur (N_2)
. Cartouche de prélèvement placée en sens inverse de celui-ci
. Petit four mobile Hösli
. Boucle de piégeage avec coude de raccordement au chromatographe (inox)
. Dewar contenant le réfrigérant (carboglace + isopropanol)
. Grand four Hösli
. Lampe I.R. Osram (375 W)
. Chromatographe PE.881
. Transformateurs variables Voltac pour régler la température des fours (300 VA).

) Désorption par chauffage à 260° pendant 30 min sous 50 ml N_2/min
Piégeage dans la boucle refroidie.

) Remplacement du Dewar par le grand four à 300°. Coude chauffé avec la lampe IR, passage des produits — quelques min et sous N_2 — et piégeage en tête de colonne maintenue à température ordinaire.

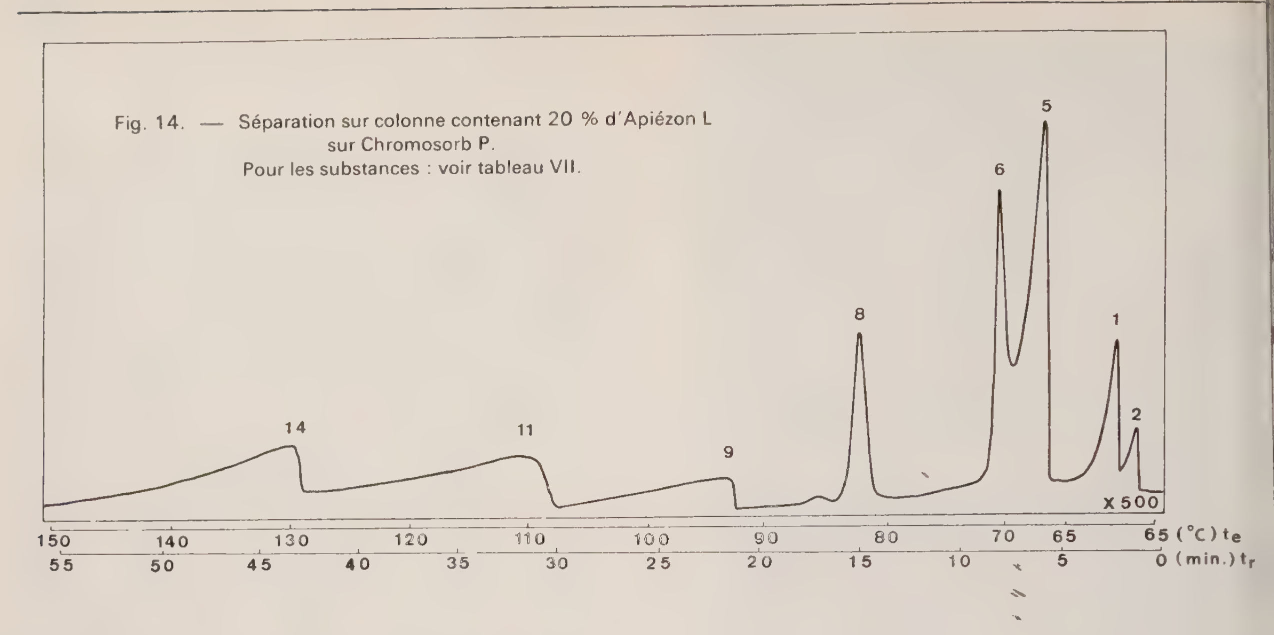


Fig. 14. — Séparation sur colonne contenant 20 % d'Apiézon L sur Chromosorb P.
Pour les substances : voir tableau VII.

touche. Ensuite, l'efficacité de séparation de la colonne ne sera-t-elle pas altérée par un passage de l'air pollué durant de nombreuses heures ? Pendant les essais préliminaires, le remplacement de la petite pompe à membrane par une pompe Leybold de 75 W a levé la première difficulté : il a permis de réaliser un débit suffisant à la sortie de la colonne. D'autre part, on a constaté que la colonne conservait toutes ses propriétés pour l'analyse, à condition d'être suffisamment longue (2-3 m). Ce dernier résultat se comprend puisque les produits sont bien entendu adsorbés seulement sur une petite partie de la colonne et que la plus grande est disponible pour la séparation.

En fait, tout se passe comme si la première partie sert de cartouche de prélèvement et la seconde de colonne d'analyse proprement dite. Nous sommes ainsi arrivés à mettre au point notre méthode définitive : prélever les polluants organiques sur le terrain avec notre colonne de chromatographie (inox, spiralée - 3 m × 1/8''), la ramener au laboratoire pour analyser l'échantillon en le désorbant et le chromatographiant simultanément dans le four du chromatographe

4. DESCRIPTION DE LA METHODE EMPLOYEE

41. Colonne de prélèvement et d'analyse

Nous avons fabriqué nos colonnes au laboratoire. Elles sont constituées d'un tube en inox de 3 m × 1/8'' de diamètre extérieur, contenant environ 2,3 g de Tenax-GC 60-80 mesh. Avant le conditionnement, il faut éliminer l'air pour éviter l'oxydation. Cette purge s'effectue pendant 1/2 h sous 50 ml/min d'azote A 28 utilisé comme gaz porteur. Il faut ensuite achever la polymérisation du produit et réticuler polymère sous atmosphère d'azote. Dans ce but, colonne est chauffée de la température ordinaire 320°C à la vitesse de 6,7°C/min. Cette températu de 320°C est maintenue pendant une nuit. Puis, débit d'azote est réaugmenté jusque 50 ml/min po chasser les produits gazeux du conditionnement 200° pendant 1/2 h. Pour terminer, on soumet colonne à une véritable chromatographie gazeus qu'on répète jusqu'à l'obtention d'une parfaite lig de base.

42. Méthode de prélèvement

La figure 15 représente le montage utilisé pou prélever l'air de l'environnement immédiat de source de pollution. L'air est aspiré à travers la co lonne au moyen d'une mini-pompe de 75 W Leybol (Leybold-Heraeus GmbH, Köln, R.F.A.). Afin d'évite une altération et un colmatage de la colonne, l'a passe d'abord sur un petit filtre Millipore pour chr matographie gazeuse type fluoropore FGLP 0130 de 13 mm de diamètre et dont les pores ont u diamètre moyen de 0,2 μ (Millipore Corporatio Bedford, Mass. 01730, U.S.A.). Le volume d'a aspiré est mesuré à l'aide de deux compteurs d précision (Metterfabriek, Dordrecht, Holland Ces compteurs sont du type humide, ont un volum cyclique de 1 litre et permettent une lecture de v lume à ± 10 ml. Leur reproductibilité mesurée est d ± 2 %. Il a fallu établir une fuite artificielle et co trôlée pour mesurer des débits plus faibles que 1 ml/min, minimum nécessaire à un bon fonctionn ment en continu de ces compteurs. En effet, la pomp utilisée permet d'aspirer environ 5 ml/min à la sort de la colonne. Le compteur n° I donne donc le volum total égal au volume aspiré + la fuite (par exemple 2

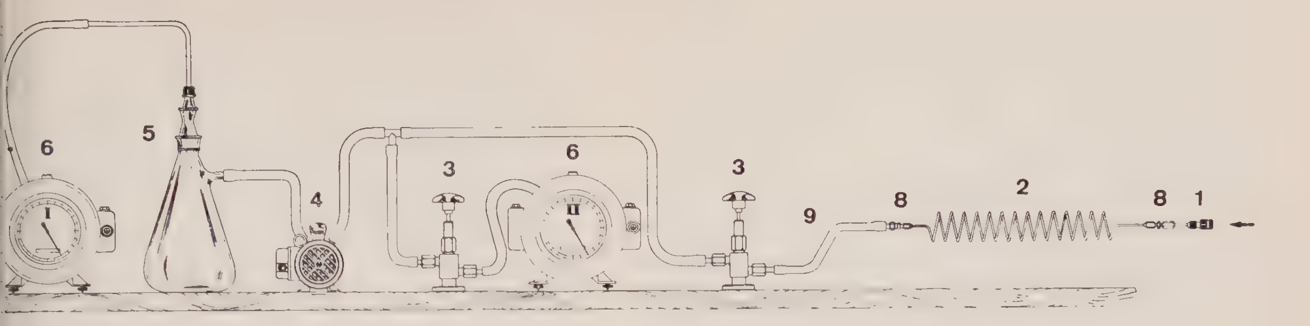


Fig. 15 — Montage de prélèvement avec préconcentration sur colonne de chromatographie gazeuse

Filtre Millipore
Colonne de chromatographie gazeuse
Vanne de précision
Pompe électrique Leybold
Récipient de garde
Compteur volumétrique humide de précision
Thermomètre
Eléments Swageloks de raccord
Tuyaux en caoutchouc pour vide

res) et le compteur n° II uniquement la fuite (par
emple 27 litres). Par différence, on obtient le vo-
me d'air réellement passé à travers la colonne ; il
cille entre 2 et 3 litres pour 8 h de prélèvement. De
ême, le compteur I donne le débit total (par exemple
5 ml/min) et le compteur II le débit de fuite (par
emple 40 ml/min). La différence représente le dé-
t réel de prélèvement. Des vannes de précision à
ointeau permettent un réglage fin des débits. Un
cipient ad hoc piège les vapeurs d'huile émises par
pompe et dont il faut préserver les compteurs. Des
éments Swageloks assurent des jonctions étanches
tre-colonne et colonne-première vanne. De gros
yaux en caoutchouc pour vide sont employés pour
s autres jonctions. Tout le montage doit être parti-
ulièrement soigné pour éviter toute fuite indésirable

On mesure la température de l'air sur place au
ébut et à la fin du prélèvement ; quant à la pression,
a fallu la relever au laboratoire où elle est enregistrée
n continu par barographe. Dans les deux cas, on
lcule les valeurs moyennes, qui permettent de ra-
ener le volume d'air prélevé aux conditions norma-
s : 0°C et 760 mmHg. Sur place, on note également
présence éventuelle d'odeurs et surtout la direction
cale du vent, son intensité et les autres conditions
matiques locales. Les relevés quotidiens d'un ob-
rvatoire proche viennent compléter cet ensemble
données qui permettront dans la suite une certaine
terprétation des résultats.

L'échantillon d'air pollué est donc ainsi prélevé sur
colonne d'analyse et toutes les conditions sont no-
es. Il reste à le chromatographier à l'aide du chro-
atographe P.E. 881 dont nous disposions pour en
tenir l'analyse complète.

43. Analyse qualitative

La mise au point de la méthode de séparation et d'identification des différentes substances à analyser est œuvre de longue haleine, surtout si l'on ne connaît pas à l'avance la nature des produits qu'on devra détecter et qu'on ne dispose pas d'un spectrographe de masse. Dans notre cas, nous n'avions pas ce dernier appareil, mais nous connaissions la nature des produits que nous devions détecter. Dès lors, nous avons dû procéder en quatre étapes :

1°) Après avoir choisi les conditions de travail (à partir des données de la littérature) qui semblent donner les meilleurs résultats, on chromatographie chaque produit pur séparément On obtient ainsi son domaine de sortie, sans plus En effet, nous avons confirmé le résultat de la littérature suivant lequel le temps de rétention diminue sensiblement quand la quantité injectée augmente trop fortement. Or, avec une seringue Hamilton de 1 μl, on peut injecter avec une précision suffisante jusque 0,1 μl, soit approximativement 100.000 ng, ce qui représente 10 fois plus que la limite supérieure recommandée On obtient, dans ce cas, un très large pic et une *limite inférieure du temps de rétention*

2°) Dans nos applications, nous devions couvrir un large domaine de températures d'ébullition Il n'était, dès lors, guère possible de sélectionner au départ un solvant convenant parfaitement pour tous les produits, c'est-à-dire sortant nettement avant ou nettement après tous les produits en question. Dans un cas pareil, il faut chromatographier quelques solvants — qualité pour spectro — qui semblent à première vue convenir. Pour chacun d'eux, on obtient un pic princi-

pal et un ou quelques pics secondaires appartenant aux impuretés éventuelles. En ce qui nous concerne, nous avons été obligés de scinder l'ensemble des produits en deux groupes et de choisir deux *solvants* différents.

3°) On injecte des solutions en concentrations décroissantes, jusqu'à obtenir la limite de détection pour chaque produit. Cela représente un travail très important, car il y a aussi une grande variabilité dans les réponses et il ne faut pas confondre un produit à faible réponse avec des impuretés d'un autre produit à fortes réponses. Ceci limite bien entendu sérieusement les groupements possibles. On chromatographie donc des mélanges progressifs et on adapte les conditions opératoires (température - débits - colonne) jusqu'à obtenir le meilleur compromis séparation-durée. On obtient ainsi les *conditions de travail définitives*.

4°) On chromatographie dans ces conditions le mélange complet (ou les 2 mélanges), ce qui donne le chromatogramme de référence pour l'analyse qualitative. Néanmoins, comme les valeurs chromatographiques d'identification varient suivant la concentration (sans compter les limites de reproductibilité), il faut calculer les valeurs moyennes obtenues pour chaque produit et pour les différentes concentrations. Finalement, c'est un tableau reprenant les différents produits dans l'ordre d'élution avec leurs *valeurs moyennes d'identification* qui sert réellement à effectuer l'analyse qualitative de tout échantillon inconnu.

Ces grandeurs sont les suivantes :

1°) La température d'élution ou température de la colonne à laquelle sort le sommet du pic (t_e). Cette valeur, mesurée à l'aide d'un thermocouple fer-constantan, n'est qu'une indication, car elle est lue à 5° près et, de plus, la montée en température se fait par sauts de quelques degrés à la fois.

2°) Le temps de rétention absolu ou temps de sortie du sommet du pic (t_r). La vitesse de déroulement de l'enregistreur potentiométrique Integra utilisé étant de 1 cm/min, il suffit de mesurer la distance du sommet du pic à l'origine des temps. Cette valeur est déjà plus fiable que la précédente, car elle est mesurée avec plus de précision (0,1 mm = 0,1 min = 6 s). Néanmoins, si la reproductibilité instrumentale est améliorée, l'influence de la concentration demeure.

3°) *Le temps de rétention relatif* ou rapport du temps de rétention absolu du composé au temps de rétention absolu d'une *substance de référence* (t'_r). Les expériences ont montré que c'est la grandeur la plus reproductible. C'est pourquoi nous nous sommes essentiellement basés sur elle pour identifier les polluants. Il faut cep dant signaler que ses valeurs ne sont qua même pas parfaitement reproductibles. Il su que les concentrations du produit à identifier du produit de référence varient sur le terrain sens inverse et le temps de rétention rel change.

D'une manière générale, il faut reconnaître ic principal handicap de notre méthode, qui est celui la chromatographie gazeuse en général, à savoir *manque de spécificité qualitative*. Outre la raison vient d'être évoquée, il y a le fait qu'on se base fi lement sur une seule valeur — le temps de sortie pic — et que la longueur totale du chromatogram sur laquelle doivent se répartir tous les compos existants est quand même fort faible (environ 60 cr Autrement dit, dans un échantillon, on ne sait jam si un produit inconnu ne sort pas en même tem qu'un produit connu...

Bref, tant qu'on n'a pas à la sortie de la colonne chromatographie une instrumentation auxilia permettant, par la jonction d'une nouvelle propri spécifique et des valeurs chromatographiques, dentifier avec certitude les produits élués, on n'a jamais qu'une forte présomption sur la nature d substances. Notons en passant que les spectroph tomètres IR et UV ne conviennent pas pour nos p blèmes, étant donné que les quantités rencontré sont de loin inférieures aux limites de détection de c appareils. Par exemple, pour détecter le benzène faut un minimum de 6.000 ng en UV et un minimu de 200.000 ng en IR, alors qu'il faut pouvoir d cendre au moins jusque 100 ng en pollution. C' bien la raison pour laquelle on est obligé de passer la *spectrographie de masse* pour identifier les produ avec certitude.

44. Analyse quantitative

Les teneurs en polluants sont calculées à partir quantités obtenues par la chromatographie et du lume d'air prélevé. Les quantités sont déterminée l'aide des courbes d'étalonnage de la colonne, d nant les masses en ng en fonction des aires des p en cm². En ce qui concerne les produits étalons, il f préparer diverses solutions permettant de couvrir t le domaine de masse intéressant (100-10.000 avec des injections variant entre 0,1 et 1 µl. En eff au-delà de 1 µl, l'efficacité de la séparation dimin sérieusement. De plus, vu le volume et les gra ations de la plus petite seringue disponible, serin de 1 µl graduée en 0,01 µl, il faut considérer 0,1 comme le volume minimum injectable avec précisi Dès lors, nous avons préparé des solutions étalons 10-1-0,1 % pour les substances à réponse élevé de 2,5-0,25 % pour les substances à réponse faib

r injectant 2 ou 3 volumes différents de chaque lution, on obtient ainsi 5 à 6 points par courbe alon et par produit. On peut grouper les composés ns les solutions à condition que leurs pics soient talement séparés. Il faut tenir compte également s limitations de groupement dues aux solvants. La asse réelle est alors calculée à partir du volume jecté et de la densité du produit mesurée au préala- le au picnomètre. Bien entendu, toutes ces détermi- ations s'effectuent à température constante. La ver- rie de laboratoire étant tarée à 20°C, nous avons availlé avec un thermostat stabilisé à cette tempé- ture.

Pour ce qui est des réponses, c'est-à-dire des aires es pics obtenus, n'ayant pas d'intégrateur, nous vons bien dû passer par le surfaçage systématique de tous les pics. Ceci était réalisé à l'aide d'un planimètre donnant les aires en cm^2 à 0,1 cm^2 près. Nous effectuions donc les mesures jusqu'à obtenir 3 lectures ne différant pas de plus de 0,1 cm^2 et calculions la moyenne. Outre le temps fort considérable qu'elles prennent, ces mesures ont une précision qui dépend essentiellement de la grandeur des pics. Nous avons adopté une limite inférieure de 1 cm^2 pour avoir une précision meilleure que 10 %. L'aire définitive s'obtient en multipliant la mesure par l'atténuation sélectionnée pour sortir le pic.

En FID, les courbes d'étalonnage sont linéaires. On les a portées en coordonnées bi-logarithmiques pour améliorer la précision dans les petits nombres qui sont ceux rencontrés le plus fréquemment dans l'environnement.

Tableau VI

LISTE DES PRODUITS UTILISES
COMME SOLVANTS DE PEINTURE PAR L'USINE

Nom ordinaire	Nom développé	Eb_{1atm} (°C)
HYDROCARBURES		
Benzène		80,1
Toluène	Méthylbenzène	110,8
M-Xylène	1,3-Diméthylbenzène	139,3
ALCOOLS		
Butanol	Alcool butylique ou 1-butanol	117,7
Diacétone alcool	4-Hydroxy 4-méthyl 2-pentanone	168,1
Butylcellosolve ou butylglycol	2-Butoxyéthanol	170,2
Ethylhexanol	2-Ethyl 1-hexanol	184
CETONES		
Méthyléthylcétone	2-Butanone	79,6
Méthylisobutylcétone	4-Méthyl 2-pentanone	116,5
Isophorone	3, 5,5-Triméthyl 2-cyclohexène 1-one	215
ESTERS		
Acétate d'éthylcellosolve ou acétate d'éthylglycol	2-Ethoxyéthyl acétate	158
Acétate de butylcellosolve ou acétate de butylglycol	2-Butoxyéthyl acétate	> 158
MELANGES COMMERCIAUX		
Solvesso 100		
Solvesso 150		

5. APPLICATIONS

51. Position du problème

La pollution que nous devions étudier provenait des solvants de peintures utilisées par une usine d'enduction de tôles. Le voisinage s'étant plaint, le Corps des Mines nous chargea du rôle d'intermédiaire technique dans le litige. L'usine nous fournit la composition de ses solvants, ainsi que des échantillons des produits qui entraient dans cette composition. La liste des 14 produits en cause est reprise au tableau VI qui donne également l'indication de volatilité.

Le *benzène* est strictement interdit comme solvant de peinture, étant donné sa toxicité. Le lien de cause à effet entre l'inhalation de vapeurs de benzène et la leucémie a été prouvé. Bien entendu, il n'y avait pas de benzène parmi les échantillons fournis. Néanmoins, nous l'avons d'emblée incorporé à la liste et à la mise au point qualitative et quantitative. Ainsi, pouvions-nous le détecter et le doser si jamais il était quand même présent dans l'air pollué. En effet, c'était le polluant potentiel le plus dangereux ; de plus, même s'il n'était pas employé comme tel par l'usine, il pouvait être présent à l'état d'impureté dans les autres solvants ou encore être engendré par réaction secondaire.

En ce qui concerne le xylène, l'analyse chromatographique permit de déterminer que le produit fourni par l'usine était l'isomère méta. Ce résultat fut confirmé par spectrométrie UV.

Les Solvessos 100 et 150 sont des mélanges commerciaux de solvants organiques, qu'on a pu identifier par UV comme étant des alkylbenzènes. A noter que certains composés sont communs aux deux mélanges, ce qui compliqua encore le problème.

52. Mises au point chromatographiques

En ce qui concerne la mise au point qualitative chromatogramme complet est représenté à la fig 16. Comme solvant, le chlorure de méthylène co vient bien pour tous les produits, sauf pour la dia tone alcool. Celle-ci sortant en même temps que CH_2Cl_2 , il fallut la considérer à part dans les solutio et la dissoudre dans un autre solvant (toluène).

Les conditions opératoires, ainsi que les vale chromatographiques moyennes d'identification o tenues pour une des colonnes, sont reprises au bleau VII.

Comme substance de référence, nous avo adopté le toluène, étant donné que ce produit a détecté dans la plupart des échantillons d'air poll analysé.

Quant aux courbes d'étalonnage, elles ont tou l'aspect de celles reprises en exemple pour deux p duits et une colonne à la figure 17. Les niveaux de c courbes sont suffisamment différents pour rendre dispensable un étalonnage pour chaque produit. El sont linéaires jusqu'à une masse comprise en 5.000 et 10.000 ng. Au-delà de cette limite su rieure, apparaît une incurvation due à la saturation détecteur. Cette saturation provoque, en effet, u réponse incomplète, donc une erreur par défaut l de l'étalonnage. Inversément, lors de l'analyse d' échantillon inconnu, la masse lue dans cette zo pour une réponse déterminée contiendra une erre par excès.

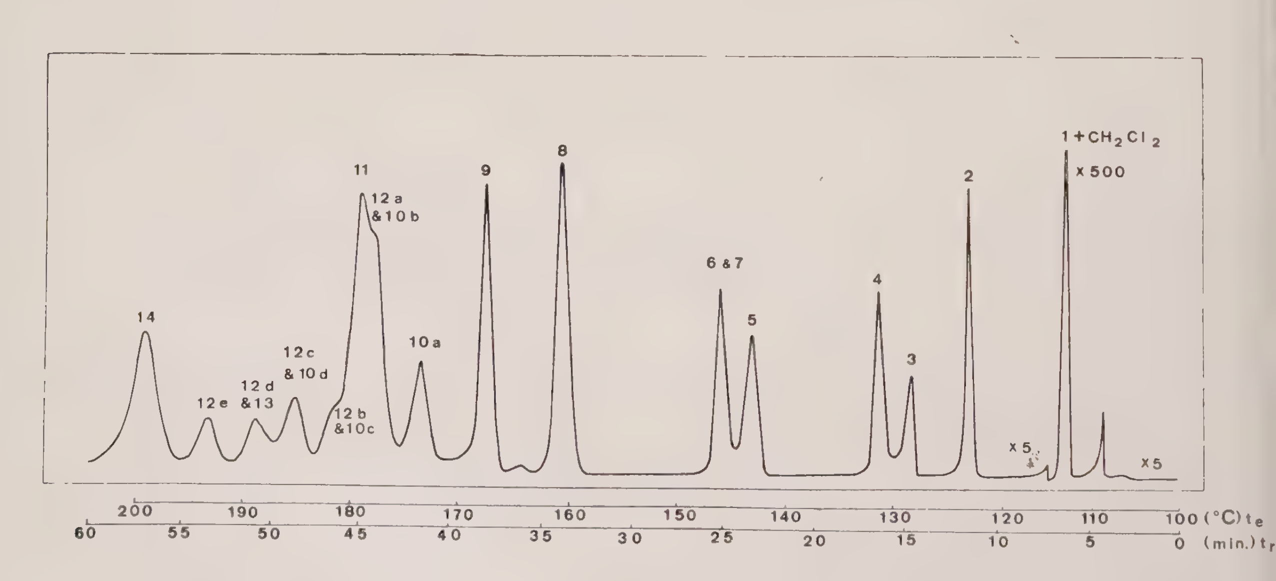


Fig. 16. — Chromatogramme du mélange complet des solvants employés par l'usine.
Conditions opératoires et nature des composés : voir tableau VII.

Tableau VII

VALEURS D'IDENTIFICATION

Conditions :
1. Solvant : CH_2Cl_2
2. Colonne n° 22-2
3. Débits (ml/min) : N_2 : 20 ; H_2 : 30 ; air : 300
4. Températures initiales (°C) : injecteur : 250 ; détecteur : 130
5. Chauffage-colonne : programme de température : 100-200°C à 1,7°C/min
6. Vitesse de déroulement de l'enregistreur : 1 cm/min

N° du pic	Produit		t_e (°C)	t_r (min)	t'_r
1	Diacétone alcool		112	6	0,24
2	Méthyléthylcétone		121	11	0,45
3	Butanol		127	14,5	0,59
4	Benzène		130	16	0,65
5	Méthylisobutylcétone		141	22,5	0,92
6	Toluène		143	24,5	1,00
7	Butylglycol		143	24,5	1,00
8	Xylène		159	33,5	1,37
9	Acétate d'éthylglycol		165	37,5	1,53
10	Solvesso 100	10a	171	40,5	1,65
		10b	174	43	1,76
		10c	179	46	1,88
		10d	181	48	1,96
11	2-Ethylhexanol		177	45	1,84
12	Solvesso 150	12a ≡ 10b	174	43	1,76
		12b ≡ 10c	179	46	1,88
		12c ≡ 10d	181	48	1,96
		12d	185	50,5	2,06
		12e	190	53	2,16
		12f	194	55,5	2,27
13	Acétate de butylglycol		186	50,5	2,06
14	Isophorone		195	56	2,29

t_e température d'élution
t_r . temps de rétention absolu
t'_r temps de rétention relatif (au toluène)

3. Résultats de la campagne de mesures à l'immission

Les mesures ont été effectuées dans l'environnement immédiat de l'usine situé à l'est de celle-ci.

Les résultats obtenus lors d'une première série d'essais de mise au point et d'orientation montrèrent des variations très importantes d'une période à l'autre suivant les conditions de pollution, c'est-à-dire les conditions météorologiques et de production de l'usine. Cela nous obligea en particulier à analyser l'air pollué *en continu* (24 h sur 24) durant tout un mois. Suivant les circonstances, la durée d'un prélèvement varia généralement entre 5 et 12 h, avec une moyenne de *8 h*. Le volume d'air prélevé fut généralement compris entre 1 et 6 litres, soit *2 à 3 litres* en moyenne. Quant aux débits d'aspiration, ils s'échelonnèrent entre 3 et 9 ml/min, avec une moyenne de *5 ml/min*. Des débits aussi faibles permirent des prélèvements avec un rendement de 100 %. Nous l'avons vérifié avec certitude pour la diacétone alcool et la méthyléthylcétone en effectuant un prélèvement avec deux colonnes en série : la première donna des quantités importantes de ces deux produits et la deu-

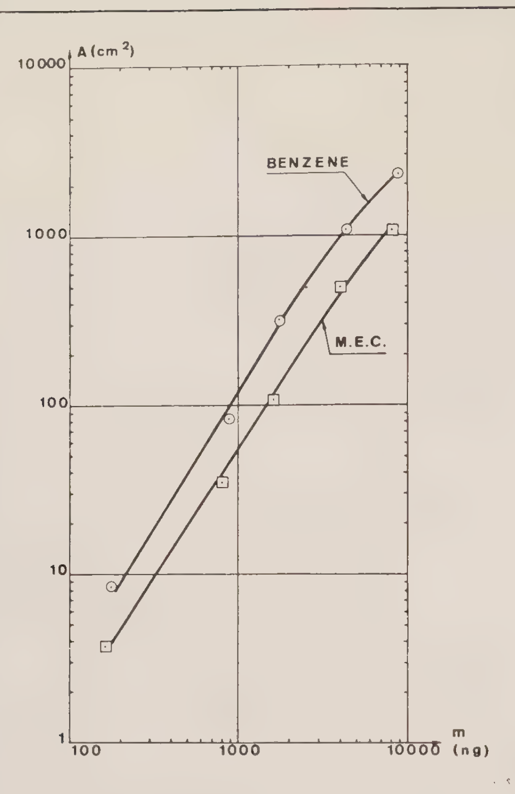


Fig. 17. — Exemple de courbes-étalons.
Conditions opératoires : voir tableau VII.

xième une ligne de base parfaite. Nous pouvons tirer une conclusion analogue pour les autres produits, puisqu'ils possèdent tous des temps de rétention plus élevés que celui de la M.E.C. Le rendement de désorption était lui aussi de 100 %, étant donné qu'après chromatographie, une colonne rendait sa ligne de base.

La figure 18 et le tableau VIII donnent quelques exemples d'analyses obtenues durant cette campagne.

Pour chaque pic identifié, on a indiqué, au-dessus du numéro, le temps de rétention relatif au toluène.

Un certain nombre de produits légers s'éluaient d'abord. Nous n'avons malheureusement pas pu les identifier, pas plus que certains autres produits d'ailleurs, pour les raisons expliquées précédemment. Sans doute, provenaient-ils d'émanations gazeuses, de vapeurs de mazout ou d'autres sources encore. La diacétone alcool sortant dans cette zone, nous ne l'avons reprise que lorsqu'elle s'en détachait nettement.

Le tableau IX renseigne les résultats globaux et significatifs de la campagne.

Les conditions météorologiques favorisant une pollution maximale étaient obtenues par vent faible d'ouest, ce que nous n'avons eu que rarement pendant la période couverte (contrairement à ce qui s'était produit en 1974). Néanmoins, lorsque c conditions furent remplies, les teneurs furent effec vement parmi les plus élevées.

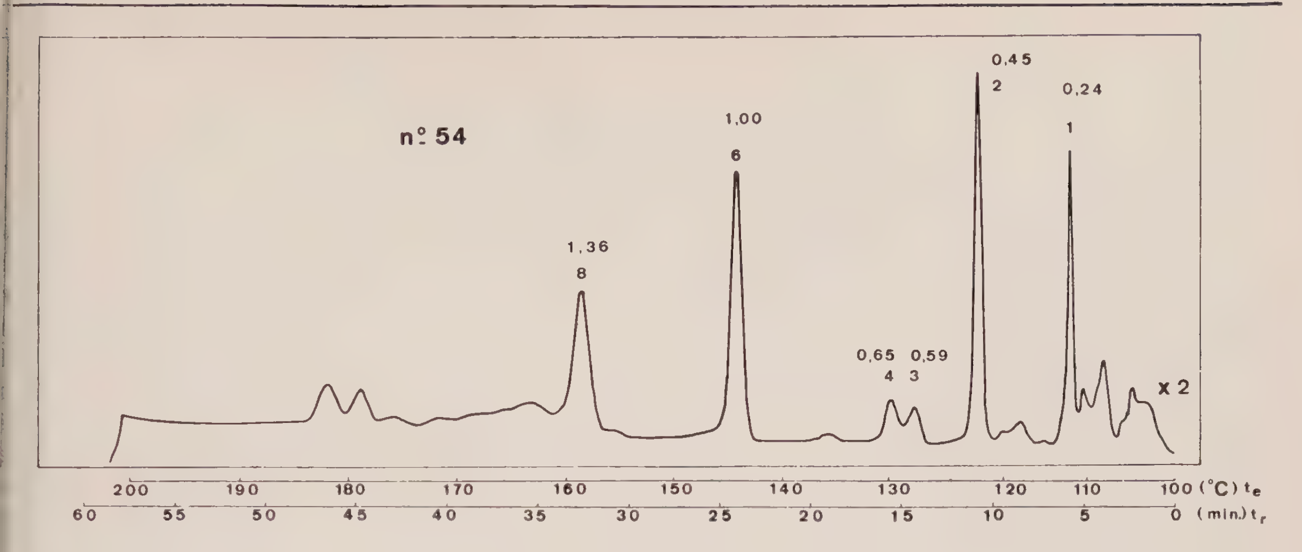
Comme le montre ce tableau, nous avons obte fréquemment du benzène et en concentrations n négligeables. Cette constatation grave nécessita d études ultérieures pour confirmer l'origine de ce pr duit, souvent accompagné d'ailleurs de toluène et xylène. Pendant la campagne elle-même, nous avo analysé quelques échantillons d'essence et d'air rectement pollué par les gaz d'échappement voiture. Nous y avons chaque fois détecté ces hydr carbures aromatiques, mais ils étaient accompagn de beaucoup d'autres produits que nous n'avons j mais retrouvés dans l'air ambiant analysé. Les véh cules ne sont donc pas responsables des quantités benzène obtenues lors de la campagne.

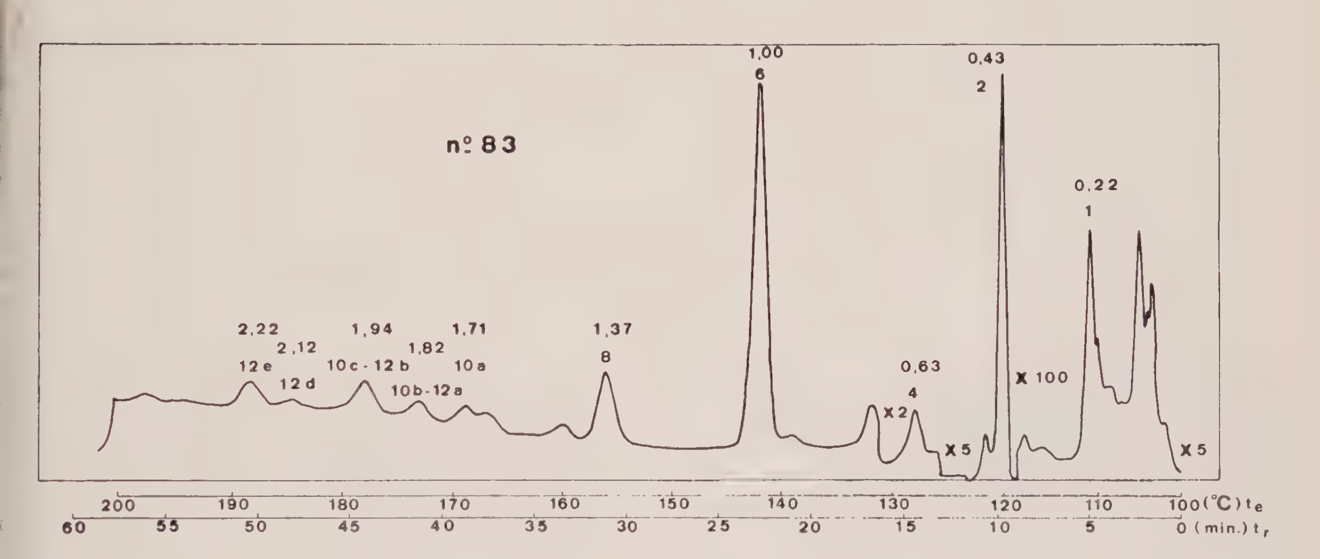
Il est à noter, d'autre part, que nous avons détecter la présence de ce produit dans d'autres pr lèvements que ceux repris au tableau IX. Toutefoi les concentrations étaient trop faibles pour être m surables avec précision, c'est-à-dire donner un p supérieur à 1 cm^2 et donc une erreur de planimétra inférieure à 10 %.

De même, à côté des différents composés mesur et dont les teneurs sont données dans ce tablea d'autres ont pu être détectés. C'est le cas notamme de la méthylisobutylcétone. Ces produits, en quanti relativement faible, donnaient une réponse insuf sante pour être mesurée avec précision. Nous ne l avons donc pas fait intervenir dans nos relevés. L produits que nous détections le plus souvent, l hydrocarbures aromatiques et la méthyléthylcéton sont, parmi les composés employés par l'usine, ce dont les réponses sont les plus fortes en ionisation flamme. C'est donc pour eux que la méthode est plus sensible. De plus, ils sont parmi les plus volatils il est donc normal que, toutes autres choses égale leurs concentrations soient les plus élevées dans l'a pollué. Les autres ont en général une répon beaucoup plus faible, si bien que des quantités pl importantes sont nécessaires pour les détecter surtout pour mesurer leur concentration avec suf samment de précision. De plus, ils sont généraleme plus lourds, ce qui exclut la possibilité de fortes t neurs dans l'air.

Les teneurs les plus élevées ont été obtenues po la méthyléthylcétone. Ceci s'explique par sa conso mation importante dans l'usine et par sa volatilit c'est elle qui, de tous les solvants en question, po sède le point d'ébullition le plus bas. Il est à noter, outre, que les maxima en M.E.C. ont été souve enregistrés la nuit...

La plupart des résultats fournis représentent u teneur moyenne sur une durée généralement co prise entre 7 et 10 h. Or, nous avons constaté





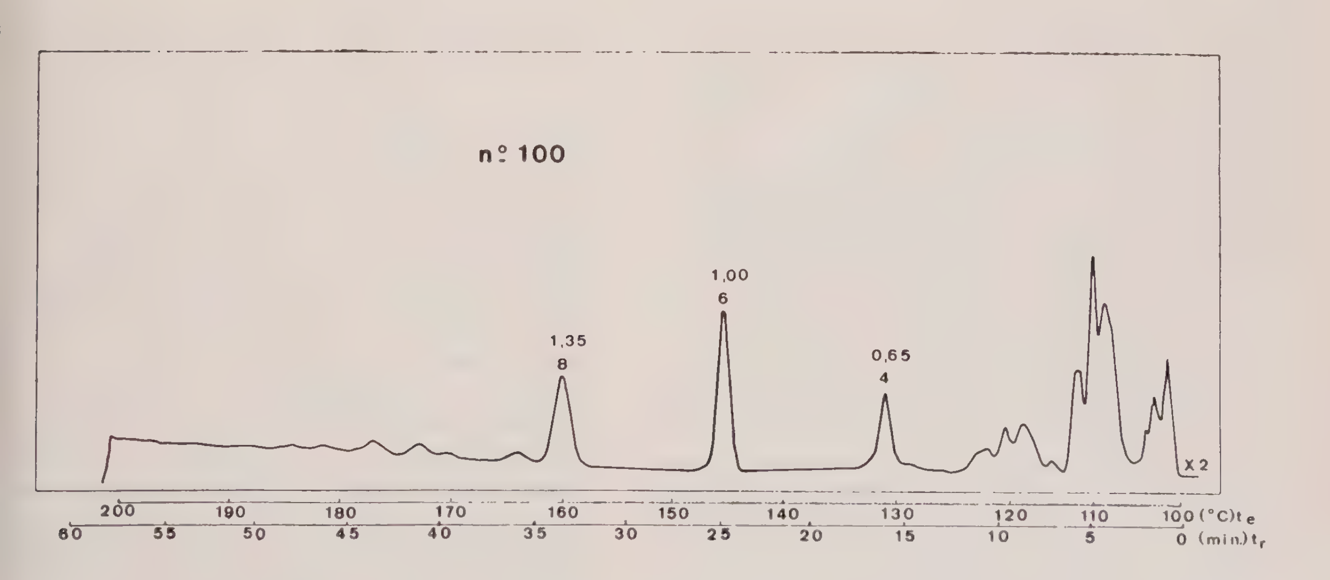


Fig. 18. — Chromatogrammes d'air prélevé près de l'usine d'enduction
Conditions d'analyse : tableau VII.
Produits, conditions de prélèvement et résultats : tableau VIII.

Tableau VIII

CONDITIONS ET RESULTATS DES PRELEVEMENTS
A L'IMMISSION REPRESENTES FIG. 20

N.B. : Pour les conditions d'analyse : voir tableau VII, n° 3 à 6.

Prélèvement	n° 54	n° 83	n° 100
CONDITIONS			
Colonne	22—2	22—1	22—4
Durée	5 h 40 min	10 h 10 min	6 h 40 min
Débit d'aspiration	6,44 ml/min	8,58 ml/min	5,56 ml/min
Volume aspiré	2,19 litres	5,23 litres	2,22 litres
RESULTATS	$\mu g/Nm^3$	$\mu g/Nm^3$	$\mu g/Nm^3$
1. Diacétone alcool	77	98	
2. M.E.C.	192	1.802	
3. Butanol	58		
4. Benzène	31	43	46
6. Toluène	113	100	68
8. Xylène	96	45	63
10 et 12. : Solvessos 100 et 150		174	
TOTAL	567	2.262	177

maintes reprises que des odeurs étaient perçues pendant un laps de temps beaucoup plus court et puis disparaissaient pratiquement. Les riverains confirmèrent fréquemment cette constatation importante. Aussi avons-nous effectué plusieurs prélèvements d'environ 1 h à des moments de forte pollution. Ces mesures fournirent les valeurs les plus élevées qui furent jamais enregistrées pour beaucoup de produits et pour le total. On peut en déduire qu'un certain nombre de quantités mesurées ont été émises pendant un laps de temps nettement plus court que celui pendant lequel elles furent prélevées. Elles correspondent donc à un volume d'air beaucoup plus faible que celui qui fut aspiré et, finalement, à des concentrations beaucoup plus élevées. Ce phénomène de « *pointes* » constitue une des caractéristiques les plus typiques de la pollution envisagée : elle est momentanée, mais parfois très forte.

Dans le tableau IX, nous avons exprimé les teneurs en μg de produit par Nm^3 d'air pollué. Nous avons évité les ppb de produit (ou 10^{-3} cm^3 de vapeur polluante par Nm^3 d'air pollué), ne connaissant pas le poids spécifique des composés à l'état gazeux et préférant nous passer de l'approximation des gaz parfaits. Pour ce qui est de la teneur en produits organiques totaux, on adopte généralement le méthane comme référence et on divise donc la teneur totale en μg/Nm^3 par le poids spécifique normal du méthane, soit 0,7168 g/lN

Ajoutons enfin que, parmi les 51 prélèvement repris, on relève 25 prélèvements où la teneur e produits organiques totaux est ⩾ 1.000 pp d'équivalent méthane,

12 où elle est ⩾ 2.000
7 où elle est ⩾ 3.000
5 où elle est ⩾ 4.000
2 où elle est ⩾ 5.000 et
1 où elle est ⩾ 7.000 ppb d'équivalent méthane.

54. Etudes ultérieures

Le cas du benzène entraîna, comme prévu, de contestations de la part de l'usine en cause. Il fallu donc approfondir la question et tenter de détermine avec certitude l'origine des quantités obtenues. L trafic n'étant pas incriminé, il était certain qu'elle avaient une provenance industrielle. En ce q concerne l'usine en question, elles pouvaient, p exemple, provenir d'*impuretés dans les solvan techniques réellement utilisés.* Aussi, avons-nou d'abord analysé par chromatographie gazeuse les d vers solvants techniques susceptibles de contenir d benzène comme impureté, à partir d'échantillo fournis par l'entreprise. Pour ce faire, nous avo chaque fois injecté 1 μl de solvant à 25 ± 0,2°C.

Dans le cas du toluène, le pic obtenu pour celui-donna, comme il se doit, un temps de rétentio

Tableau IX

RESULTATS GLOBAUX DE LA CAMPAGNE EFFECTUEE A L'IMMISSION

	Fréquence absolue	Concentration minimale	Concentration maximale
Produit		µg / Nm³	µg / Nm³
HYDROCARBURES			
Benzène	31	16	211 (1)
Toluène	49	33	446
Xylène (m)	47	27	442 (1)
ALCOOLS			
Butanol	6	58	240 (1)
Diacétone alcool	14	25	303
Butylglycol			
2-Ethyl 1-hexanol			
CETONES			
Méthyléthylcétone	40	62	4.593 (1)
Méthylisobutylcétone			
Isophorone			
ESTERS			
Acétate d'éthylglycol			
Acétate de butylglycol			
MELANGES COMMERCIAUX			
Solvesso 100	2	103	114
Solvesso 150	2	95	174
TOTAL	51	131 (183)(2)	5.366 (7.486)(2)

(1) Prélèvement d'environ 1 h.
(2) Concentration totale en ppb d'équivalent CH_4.

nsiblement plus faible que la valeur normale. Nous us sommes demandé si ceci avait une influence sur position du pic de benzène. Nous avons prouvé que n de la manière suivante. On a préparé un mélange 10 cc de toluène pur et 0,1 µl de benzène pur et on injecté 0,1 µl de toluène technique + 0,1 µl du élange précédent. Le pic de benzène est sorti au ème endroit que celui obtenu lors de la chromagraphie de 0,1 µl de toluène technique seul

Voici les résultats de ces analyses :

ncentration en benzène de divers solvants techniques employés

- Toluène : 102 µg benz./g tol., soit 102 ppm ou 0,01 % en poids
- Xylène : 785 µg benz./g xyl., soit 785 ppm ou 0,08 % en poids
- Solvesso 100 : 268 µg benz./g solv 100, soit 268 ppm ou 0,03 % en poids
- Solvesso 150 : 23,1 µg benz./g solv. 150, soit 231 ppm ou 0,02 % en poids.

La plus forte teneur en benzène se retrouve donc dans le xylène et n'atteint pas 0,1 % en poids. Ce résultat est de loin insuffisant pour rendre compte des quantités observées à l'immission et qui étaient généralement moitié moindres que celles de xylène (tableau IX). Même si on tient compte de la différence de volatilité entre le benzène et le xylène, les impuretés ne semblent pas être la source de benzène recherchée.

La seule manière vraiment sûre de déterminer les responsabilités dans un tel domaine consiste bien entendu à *analyser les émissions* de l'industrie concernée. C'est ce que nous avons voulu faire. Une telle tâche fut possible, car l'industriel en question nous prêta son concours.

Il s'agit cependant ici d'un problème fort différent de l'immission, en ce sens que les concentrations rencontrées sont d'un tout autre ordre de grandeur généralement 1.000 ppm, soit environ 10^6 µg/m³ ou ng/l. Or, avec le matériel chromatographique dont nous disposions, nous étions limités à un domaine

d'analyse compris *entre 100 et 10.000 ng* par produit (fig. 17). La technique de prélèvement utilisée à l'immission et décrite ci-dessus nous aurait conduits par conséquent à prélever environ 0,01 litre, ce qui est évidemment impossible avec cette méthode.

Le procédé classique consiste alors à opérer en 2 étapes.

A la cheminée d'abord, on prélève un échantillon de gaz au moyen d'un récipient et d'une pompe. Excluant le caoutchouc et le plastique, pour éviter tout risque de contamination, nous avons adopté une bouteille en verre de 500 ml équipée de 2 robinets ad hoc.

Au laboratoire ensuite, on prélève le volume nécessaire à l'analyse — soit de l'ordre de 10 ml — hors de l'échantillon global à l'aide d'une boucle étalonnée, en inox, d'une vanne à plusieurs voies et d'une petite pompe à membrane. Cet échantillon définitif est alors chassé dans la colonne analytique sous courant d'azote et analysé.

Ayant appliqué cette technique aux rejets dont il est question, nous avons bien dû constater son manque de validité, principalement à cause d'importantes pertes par condensation. Ce phénomène parasite se produit surtout dans la bouteille qui, par ailleurs, n'offre pas toujours les meilleures garanties d'étanchéité. Cet échec, principalement dû à la présence de produits lourds dans les échantillons en question, associé à l'impossibilité matérielle dans laquelle nous avons été jusqu'à présent de réaliser des prélèvements représentatifs aux cheminées en question, nous empêcha de tirer des conclusions définitives.

Nous nous rendons cependant compte de l'importance capitale de ce stade et c'est pourquoi nous espérons avoir l'occasion de mettre au point, dans un proche avenir, une *méthode directe et sûre de prélèvement à l'émission de vapeurs organiques à analyser par chromatographie gazeuse*. L'idéal serait, en effet, de prélever directement sur place le volume nécessaire à l'analyse (~ 10 ml) et de l'injecter immédiatement dans la colonne, où il serait définitivement piégé, à l'instar de ce que nous faisons pour l'immission.

Ce travail fera l'objet, nous l'espérons, d'une publication ultérieure.

6. CONCLUSIONS GENERALES

Nous exposons ci-après les principaux éléments d'une étude critique de la méthode proposée ainsi que ses améliorations possibles.

61. Précision

Déterminons d'abord la précision de chaque éta[p]
du travail.

— Mesure du volume d'air aspiré (§ 42)
  $V = V_{tot} - V_{fuite}$
  Chaque terme est déterminé à 2 % près, ce q[ui]
  donne 4 % au total.
— Planimétrage (§ 44)
  Les aires mesurées s'échelonnent entre 20 et [...] cm².
  La reproductibilité étant de 0,1 cm², l'impré[ci]sion oscille entre 0,5 et 10 %.
— Etalonnage (§ 44)
  On peut négliger la préparation des solutions et [la] picnométrie dans le calcul.
  Les volumes injectés s'échelonnent entre 1 [et] 0,1 µl.
  La précision de la seringue est de 0,01 µl, soit 1 [à] 10 % pour l'injection.
  Le planimétrage intervient une 2ème fois av[ec] une reproductibilité de 0,5 à 10 %.
  Pour l'étalonnage, la précision totale est donc [de] 1,5 à 20 %.

On obtient ainsi, pour les mesures *à l'immissio[n]* une *précision globale* de *6 à 34 %* et une précisi[on] *moyenne* de *20 %*

62. Avantages

621. *Prélèvement*

Ne répétons pas les avantages multiples [de] l'adsorption par rapport aux autres méthodes de pr[é]lèvement que sont la cryogénie et le barbotage da[ns] un solvant, lorsque les produits en cause ne sont p[as] trop légers.

Nous renvoyons également le lecteur à l'étude [bi]bliographique et aux expériences préliminaires po[ur] les atouts des adsorbants organiques sur les a[d]sorbants minéraux, des polymères poreux sur l[es] produits à base de carbone et du Tenax-GC sur l[es] autres polymères poreux.

En gros, on peut dire que la technique de prélèv[e]ment est *simple, rapide, quantitative et inoffensive.*

622. *Récupération*

Par rapport à l'extraction, la méthode de récupé[ra]tion employée présente tous les avantages de la d[é]sorption thermique décrits dans la deuxième partie.

La répartition de l'adsorbant dans une longue [et] fine colonne au lieu de sa concentration dans u[ne] cartouche de grande section et la réalisation de [la] désorption par la chromatographie (~ 60 min) ass[u]rent un échauffement plus uniforme et plus compl[et]

ı désorption ainsi obtenue est *quantitative* et ne emande *aucun matériel spécial.*

L'élimination de tout transfert cartouche-colonne ermet bien entendu de gagner beaucoup de temps ın peut effectuer jusque 2 fois plus d'analyses...) et e supprimer une opération fastidieuse et pleine 'aléas (on élimine notamment tout risque de conensation). La méthode est donc *plus rapide* et *plus récise* à la fois.

23. *Analyse*

L'étude bibliographique et l'exposé des expéences préliminaires ont suffisamment mis en luière les avantages des polymères poreux et plus écialement du Tenax-GC sur les autres matériaux e remplissage des colonnes chromatographiques.

Les colonnes métalliques au Tenax-GC se préparent ıanuellement et sans difficulté au laboratoire. En une eure environ, elles parviennent à séparer suffisamıent les 14 produits envisagés en des pics pratiqueıent sans traînée, même pour les produits les plus ıurds. Elle permettent donc d'atteindre effectiveıent d'*excellents compromis efficacité de séparaon-durée et efficacité-symétrie des pics.*

3. Inconvénients

31. *Prélèvement*

Le fait d'employer une colonne au lieu d'une caruche pour prélever les polluants impose l'utilisation une pompe plus puissante et plus encombrante, huile (à renouveler régulièrement), de tuyaux à de, d'un récipient de garde, d'une vanne et d'un ompteur supplémentaires. Le *montage et* les *opéraons de prélèvement* sont donc *plus compliqués* ı'avec une cartouche. De plus, l'introduction d'un euxième compteur entraîne une imprécision deux is plus importante sur la détermination du volume air aspiré.

Avec une cartouche et une petite pompe à diaıragme, il n'y a aucun problème pour obtenir un ébit de prélèvement > 17 ml/min. Encore udrait-il vérifier si, dans ces conditions, le rendeent d'adsorption reste égal à 100 % pour tous les oduits.

32. *Récupération*

La méthode de récupération utilisée ne présente ıe des avantages par rapport aux autres.

633. *Analyse*

Le principal désavantage intrinsèque de notre méthode réside dans la nécessité d'étalonner toutes les colonnes nécessaires pour effectuer des prélèvements en continu. En effet, chaque colonne de prélèvement est une colonne d'analyse. Or, ces colonnes sont fabriquées d'une manière qui n'est évidemment pas parfaitement reproductible. Il en résulte de légères différences entre elles aux points de vue des valeurs moyennes d'identification et des réponses. Ces différences sont suffisantes pour nécessiter une *vérification qualitative* et *quantitative de chaque colonne.* Pour ce faire, on contrôle 2 ou 3 points — judicieusement répartis — de chaque courbe d'étalonnage à l'aide des mêmes étalons que ceux qui servirent à établir les courbes complètes de la première colonne. Il faut reconnaître que c'est là une perte de temps importante par rapport à la méthode qui consiste à employer une série de cartouches pour le prélèvement et une seule colonne pour l'analyse.

Notons cependant que, d'une part, les vérifications qualitatives et quantitatives s'effectuent simultanément et que, d'autre part, certaines similitudes entre les colonnes permettent de réduire l'ampleur du travail. De plus, cette perte de temps est largement compensée par le gain réalisé grâce à l'élimination du transfert lors de chaque analyse. On perd donc du temps lors de la mise au point, mais on en gagne beaucoup lors des analyses de routine. En pratique, le fait de pouvoir réaliser des analyses beaucoup plus fréquemment (jusque 4 par jour au lieu de 2) nous semble prépondérant, surtout dans le cas d'une pollution caractérisée par des « pointes ». Finalement, cette méthode permet de *cerner beaucoup mieux un tel problème.* D'autre part, ces vérifications de colonne peuvent se faire après la campagne de mesures ou lors d'un temps mort.

Rappelons également l'inconvénient général de la chromatographie gazeuse employée seule, à savoir l'*impossibilité d'avoir une certitude quant à la nature des produits.*

Enfin, insistons sur les *défauts du planimétrage,* qui sont la *perte de temps énorme* et l'*imprécision considérable sur les petites surfaces.* Ce dernier point est important puisqu'il est responsable de la plus grande partie de l'imprécision globale de la méthode ainsi qu'en témoigne le calcul du § 61. Si l'on disposait d'un intégrateur — dont l'imprécision est négligeable ~ 0,05 % — on éliminerait du même coup 2 × (0,5 à 10 %), ce qui ramènerait la précision globale à 5-14 % et la moyenne à 10 % environ pour l'immission. En moyenne, la méthode serait donc 2 fois plus précise.

64. Applicabilité

Notre méthode s'applique aux *mesures de routine des polluants atmosphériques divers d'origine organique*, suffisamment différents et en nombre suffisamment restreint pour qu'ils soient *séparables sur une colonne métallique normale*. De plus, pour des prélèvements d'une durée moyenne de 8 h, il faut que les concentrations soient d'*au moins quelques dizaines de ppb*, ce qui permet les mesures à l'immission et à l'émission. Enfin, il faut *connaître à l'avance la nature des produits en cause*.

Ce procédé ne s'applique pas aux cas où les polluants sont trop semblables ou / et trop nombreux ni, en général, chaque fois que les problèmes de séparation sont tels qu'ils nécessitent une colonne en verre ou / et capillaire. Notons que, dans ce cas, il serait fort intéressant d'essayer de combiner les deux types de colonnes. La première — celle que nous avons utilisée — servant toujours au prélèvement avec concentration, au stockage et à la récupération des polluants et la seconde à l'analyse proprement dite, les deux étant mises en série dans le four du chromatographe. Cela permettrait, au niveau de la désorption, de profiter des avantages décisifs de notre procédé par rapport au prélèvement sur cartouche, sans compter le rôle de préséparation que pourrait jouer la colonne métallique normale lors de l'analyse.

Notre technique ne s'applique pas non plus aux mesures à l'environnement proprement dit, au niveau ppb et sub-ppb, nécessitant un détecteur FID plus sensible que celui dont nous disposions. Cette restriction n'est évidemment valable que si l'on désire des moyennes de concentration sur des durées relativement faibles.

65. Conclusion finale

En conclusion, nous pouvons dire que la technique mise au point, éprouvée sur le terrain et décrite ici, présente un intérêt certain pour de nombreuses études de pollution organique, compte tenu des moyens dont nous disposions.

Le remplacement du planimètre par un intégrateur rendrait l'analyse beaucoup plus rapide et précise ; le couplage du chromatographe à un spectrographe de masse la rendrait sûre sur le plan qualitatif ; des détecteurs plus sensibles étendraient le champ d'application de la méthode aux mesures à l'environnement proprement dit et une technique de prélèvement directe et sûre aux mesures à l'émission. Ces dernières constituent le complément indispensable aux études d'environnement, car elles permettent seules de déterminer les responsabilités et, dès lors, de passer au stade actif de lutte contre la pollution et de sauvegarde de notre milieu de vie

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier ici MM. SAUSSEZ
MASSOTTE pour les thermogrammes qu'ils nous o
permis d'obtenir et qui ont été insérés dans ce
étude.

BIBLIOGRAPHIE

[1] M. FELDSTEIN et S. BALESTRIERI : J Air Pollut. Con
Assoc. *15* (4) 177-8 (1965).

[2] E.R. STEPHENS et F.R. BURLESON J Air Pollut. Con
Assoc. *17* (3) 147-53 (1967).

[3] M.M. ROCKIND : Anal. Chem. *39* (6) 567-84 (1967).

[4] R.A. RASMUSSEN et R.S. HUTTON · BioScience *22*
294-8 (1972).

[5] W. BERTSCH, R.C. CHANG et A. ZLATKIS : J. Chromato
Sci. *12* 175-82 (1974).

[6] J.P. MIEURE et M.W. DIETRICH : J. Chromatogr. Sci.
559-65 (1973).

[7] T. zur MÜHLEN : Zentralbl. Arbeitsmed. Arbeitsschutz
264-76 (1972).

[8] A. RAYMOND et G. GUIOCHON : Analusis *2* 357-
(1973).

[9] F.W. WILLIAMS et M.E. UMSTEAD : Anal. Chem.
2232-4 (1968).

[10] A.P. ALTSHULLER, T.A. BELLAR et C.A. CLEMONS : A
Ind. Hyg. Assoc. Y. *23* 164-6 (1962).

[11] F.R. CROPPER et S. KAMINSKY : Anal. Chem. *35* 7
(1963).

[12] N.E. WHITMAN et A.E. JOHNSTON : Am. Ind. Hyg. Ass
J. *25* (5) 464-9 (1964).

[13] H. BUCHWALD : Occupational Health Rev. (Ottawa) *17*
14-18 (1965).

[14] A.Y. PING, L.R. CLAYTON, T.E.Mc. EWEN et J.S. PAYD
Air Pollut. Control Association, 59th. Annual Meeting, ra
port n° 66-79 (1966).

[15] E.E. CAMPBELL et H.M. IDE : Am. Ind. Hyg. Assoc. J. *27*
323-31 (1966).

[16] M. FELDSTEIN, S. BALESTRIERI et D.A. LEVAGGI : A
Ind. Hyg. Assoc. J. *28* (4) 381-5 (1967).

[17] I.T. KORZHOVA, M.S. KLESHCHEVA, M.N. PORODIN
R.D. KORKHOVA, V.A. BALANDINA et V.A. KHOKHLO
Plast. Massy *5* 67-9 (1974) ; C.A. *81* (1974) 110759 j.

[18] J. NOVAK, V. VASAK et J. JANAK : Anal. Chem. *37* 66
(1965).

[19] M. SELUCKY, J. NOVAK et J. JANAK : J. Chromatogr.
285-92 (1967).

[20] M.T. DMITRIEV et N.A. KITROSSKII : Gig. Sanit. *33* (
48-54 (1968) ; C.A. *70* (1969) 22694b.

[21] I.H. WILLIAMS : Anal. Chem. *37* (13) 1723-32 (1965).

[22] W.A. AUE et P.M. TELI : J. Chromatogr. *62* 15-27 (197

[23] T.H. SCHULTZ, R.A. FLATH et T.R. MON : J. Agr. F
Chem. *19* 1060-5 (1971).

[24] F.H. REID et W.R. HALPIN : Am. Ind. Hyg. Assoc. J. *29*
390-6 (1968).

K. GROB et G. GROB : J. Chromatogr. *62* 1-13 (1971).

R.A. GREINKE : Am. Ind. Hyg. Assoc. J. *35* (12) 809-14 (1974).

S.B. SMITH et R.J. GRANT : Pittsburgh Coke and Chemical Co., Research and Development Dept. (1958).

A. TURK, J.I. MORROW et B.E. KAPLAN : Anal. Chem. *34* (4) 561-4 (1962).

C.L. FRAUST et E.R. HERMANN : Am. Ind. Hyg. Assoc. J. *27* (1) 68-74 (1966).

L.D. WHITE, D.G. TAYLOR, P.A. MAUER et R.E. KUPEL : Am. Ind. Hyg. Assoc. J. *31* (2) 225-32 (1970).

H.L. BOITEAU et S. GELOT : Med. Leg. Dommage Corpor. *7* 136-44 (1974).

M. ROLLET et M. MOISSON : Rev. Inst. Pasteur Lyon *5* (4) 439-55 (1972).

F.X. MUELLER et J.A. MILLER : Am. Lab. *6* (5) 49-61 (1974).

A. RAYMOND et G. GUIOCHON : Environ. Sci. Technol. *8* (2) 143-8 (1974).

F. BRUNER, P. CICCIOLI et F. Di NARDO : J. Chromatogr. *99* 661-72 (1974).

A. ZLATKIS, H.A. LICHTENSTEIN et A. TISHBEE : Chromatographia *6* (2) 67-70 (1973).

S.B. DAVE : Ind. Eng. Chem., Prod. Res. Dev. *14* (2) 85-9 (1975).

J. GELBICOVA - RUZICKOVA, J. NOVAK et J. JANAK : J. Chromatogr. *64* 15-23 (1972).

D.G. LEGGET, R.P. MURRMANN, T.F. JENKINS et R. BARRIERA : Special Report C.R.R.E.L. *176* (1972).

M. BOURDIN, R. BADRE et C. DUMAS : Analusis *3* 348 (1975).

A. DRAVNIEKS, B.K. KROTOSZYNSKI, J. WHITFIELD, A.O'DONNELL et T. BURGWALD : Environ. Sci. Technol. *5* (12) 1220-2 (1971).

[42] L.A. SHADOFF, G.J. KALLOS et J.S. WOODS : Anal. Chem. *45* 2341-4 (1973).

[43] R. PERRY et J.D. TWIBELL : Atmos. Environ. *7* 929-37 (1973).

[44] W. BERTSCH, A. ZLATKIS, H.M. LIEBICH et H.J. SCHNEIDER : J. Chromatogr. *99* 673-87 (1974).

[45] B. VERSINO, M. DE GROOT et F. GEISS : Chromatographia *7* 302-4 (1974).

[46] J. JANAK, J. RUZICKOVA et J. NOVAK : J. Chromatogr. *99* 689-96 (1974).

[47] M. NOVOTNY, M.L. LEE et K.D. BARTLE : Chromatographia *7* (7) 333-7 (1974).

[48] A. TURK, J.I. MORROW, S.H. STOLDT et W. BAECHT : J. Air Pollut. Control Assoc. *16* (7) 383-5 (1966).

[49] S.B. DAVE : J. Chromatogr. Sci. *7* 389-99 (1969).

[50] O.L. HOLLIS : J. Chromatogr. Sci. *11* 335-42 (1973).

[51] K. SAKODYNSKII, L. PANINA et N. KLINSKAYA : Chromatographia *7* (7) 339-44 (1974).

[52] J.M.H. DAEMEN, W. DANKELMAN et M.E. HENDRIKS (AKZO) : J. Chromatogr. Sci. *13* 79-83 (1975).

[53] T.A. GONGH et C.F. SIMPSON : J. Chromatogr. *51* 129 (1970).

[54] L. EEK et T. GALCERAN : Chromatographia *2* 541 (1969).

[55] T.N. GVOSDOVICH, A.V. KISELEV et Y.I. YASHIN : Chromatographia *2* 234 (1969).

[56] APPLIED SCIENCE LABORATORIES (PENNSYLVANIA) : Technical Bulletin No. 24.

[57] R. VAN WIJK : J. Chromatogr. Sci. *8* 418 (1970).

[58] J. BRICTEUX, W. FASSOTTE et P. LEDENT : INICHAR Bultec. « Houille et Dérivés » *36* 7 (1968).

IINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

DMINISTRATION DES MINES

MINISTERIE VAN EKONOMISCHE ZAKEN

ADMINISTRATIE VAN HET MIJNWEZEN

;tatistique sommaire de l'exploitation charbonnière, les cokeries, des fabriques d'agglomérés :t aperçu du marché des combustibles solides en 1975

Beknopte statistiek van de kolenwinning, de cokes- en de agglomeratenfabrieken :n overzicht van de markt van de vaste brandstoffen in 1975

INTRODUCTION

Le présent travail donne, en attendant la publication éléments plus complets et plus détaillés dans la Statistique économique des industries extractives et étallurgiques », un aperçu de l'activité et des résul-ts de l'industrie charbonnière belge, ainsi que de ıctivité des cokeries et des fabriques d'agglomérés. n quatrième chapitre traite du marché des combus-ɔles solides au cours de l'année 1975.

L'attention du lecteur est toutefois attirée sur le fait ıe certaines des données qui suivent ont encore un ıractère provisoire.

Le Directeur général des Mines,

J. MEDAETS.

WOORD VOORAF

In afwachting dat vollediger en uitvoeriger gegevens in de « Ekonomische Statistiek van de extraktieve nijverheden en de metaalnijverheid » gepubliceerd worden, geeft deze studie een kijk op de aktiviteit en de uitslagen van de Belgische kolennijverheid en op de aktiviteit van de cokes- en de agglomeratenfabrieken. Een vierde hoofdstuk handelt over de markt van de vaste brandstoffen tijdens het jaar 1975.

De aandacht van de lezer wordt erop gevestigd dat sommige van de hierna volgende gegevens nog van voorlopige aard zijn.

De Directeur-Generaal der Mijnen,

J. MEDAETS.

TABLE DES MATIERES

INHOUD

CHAPITRE I

L'INDUSTRIE CHARBONNIERE BELGE

ection I — Production et stocks de houille

A la fin de 1975, la Belgique ne comptait plus ıe 8 concessions actives de mines de houille exploi-es par 14 sièges d'extraction.

La production charbonnière belge, qui depuis 1958 a cessé de décroître, a encore diminué durant l'année oulée, notamment à la suite de la fermeture le 31 ars 1975 du siège n° 25 de la S.A. des Charbon-ges de Monceau-Fontaine.

La production des mines de houille belges, qui était 1957 encore de 29.001.330 tonnes, est tombée en 975 à 7.478.703 tonnes.

Le tableau 1 ci-dessous résume l'évolution de la pro-iction nette (1) de houille du Royaume depuis 1957.

HOOFDSTUK I

DE BELGISCHE KOLENNIJVERHEID

Afdeling I — Kolenproduktie en -voorraden

Einde 1975 waren in België nog slechts 8 kolenmijnkoncessies in bedrijf, die door 14 winningszetels werden ontgonnen.

De Belgische kolenproduktie, die sedert 1958 aan het afnemen is, is in de loop van verleden jaar nog verminderd, o.m. door de sluiting van de zetel nr 25 van de N.V. Charbonnages de Monceau-Fontaine op 31 maart 1975.

De produktie van de Belgische kolenmijnen, die in 1957 nog 29.001.330 ton bedroeg, is in 1975 tot 7.478.703 ton geslonken.

In onderstaande tabel 1 wordt de ontwikkeling van de nettoproduktie (1) van kolen in België sedert 1957 weergegeven.

TABLEAU 1

VOLUTION DE LA PRODUCTION NETTE DE HOUILLE DE 1957 à 1975

TABEL 1

ONTWIKKELING VAN DE NETTOPRODUKTIE VAN KOLEN VAN 1957 TOT 1975

ANNEE JAAR	SUD — ZUIDEN		CAMPINE - KEMPEN		ROYAUME - RIJK	
	En tonnes Ton	Indice-Index 1957 = 100	En tonnes Ton	Indice-Index 1957 = 100	En tonnes Ton	Indice-Index 1957 = 100
1957	18 670 380	100	10 330 950	100	29 001 330	100
1960	13 084 320	70	9 384 990	91	22 469 310	77
1962	11 397 050	61	9 806 650	95	21 203 700	73
1964	11 164 280	60	10 140 230	98	21 304 510	73
1966	9 009 570	48	8 489 740	82	17 449 310	60
1968	6 321 851	34	8 484 297	82	14 806 148	51
1970	4 267 293	23	7 095 000	69	11 362 893	39
1972	3 176 453	17	7 323 416	71	10 499 869	36
1974	2 037 606	11	6 073 370	59	8 110 976	29
1975	1.506.993	8	5.971.710	58	7.478.703	26

Le tableau 2 donne les productions mensuelles de 975 ainsi que la production annuelle totale.

In tabel 2 is de produktie van 1975 per maand en voor heel het jaar aangeduid.

(1) Dans cette production nette, les produits cendreux ıixtes, schlamms, poussiers bruts) sont comptabilisés au oment de leur production et compris dans le total tonne ur tonne.

(1) In deze nettoproduktie worden de produkten met hoog asgehalte (mixtekolen, kolenslik, ongewassen stofkolen) meegerekend op het ogenblik van de voortbrenging en voor hun volle gewicht in het totaal begrepen.

TABLEAU 2 — TABEL 2

PRODUCTIONS MENSUELLES ET ANNUELLE DE HOUILLE — MAANDELIJKSE EN JAARLIJKSE STEENKOLEN PRODUKTIE

1975

MOIS	Sud / Zuiden	Campine / Kempen	Royaume / Het Rijk	MAANDEN
I	161 784	564 615	726 399	I
II	149 491	513 515	663 006	II
III	139 350	531 862	671 212	III
IV	154 960	601 201	756 161	IV
V	130 642	420 450	551 092	V
VI	128 394	483 099	611 493	VI
VII	44 068	422 661	466 729	VII
VIII	88 153	402 507	490 660	VIII
IX	122 937	494 255	617 192	IX
X	141 316	557 523	698 839	X
XI	120 784	511 393	632 177	XI
XII	125 114	468 629	593 743	XII
Total 1975	1 506 993	5 971 710	7 478 703	Totaal 1975
Pourcentage de la production du Royaume	20,15 %	79,85 %	100 %	Percentage van de produktie van het Rijk

La comparaison des chiffres de 1975 à ceux de 1974 (tableau 3) montre que la production de Campine s'est réduite de 101.660 tonnes.

Dans le Sud la production a aussi baissé de 530.613 tonnes.

Als we de cijfers van 1975 met die van 1974 vergelijken (tabel 3), zien we dat de produktie van het Kempens bekken met 101.600 t gedaald is.

In het Zuiden is de produktie ook met 530.613 ton verminderd.

TABLEAU 3 — TABEL 3

COMPARAISON DES PRODUCTIONS ANNUELLES EN 1974 ET 1975 — VERGELIJKING TUSSEN DE PRODUKTIE VAN 1974 EN DIE VAN 1975

1000

	Production de 1974 / Produktie in 1974	Production de 1975 / Produktie in 1975	Différence / Verschil	%	
Sud	2 038	1 507	— 531	— 26,1	Zuiden
Campine	6 073	5 972	— 101	— 1,7	Kempen
Royaume	8 111	7 479	— 632	— 7,8	Het Rijk

TABLEAU 4

EVOLUTION MENSUELLE DES STOCKS DE HOUILLE

TABEL 4

DE STEENKOLENVOORRADEN PER MAAND AANGEDUID

n tonnes — ton

DATE / DATUM	Sud / Zuiden	Campine / Kempen	**Royaume / Het Rijk**	Mouvement du mois / Verschil per maand
1975				
1 - I	126 779	116 931	243 710	—
1 - I	120 268	115 236	235 504	— 8 206
3 - II	118 024	133 180	251 204	+ 15 700
1 - III	104 843	166 474	271 317	+ 20 113
0 - IV	106 951	292 742	399 693	+ 128 376
1 - V	93 189	306 128	399 317	— 376
0 - VI	91 336	364 533	455 869	+ 56 552
1 - VII	82 588	448 845	531 382	+ 75 513
1 - VIII	79 346	593 339	672 685	+ 141 303
0 - IX	84 835	718 601	803 436	+ 130 751
1 - X	94 145	774 384	868 529	+ 65 093
0 - XI	83 891	758 541	842 432	— 26 097
1 - XII	81 213	724 957	806 170	— 36 262
Iouv. de l'année / 'erschil op 31 december	— 45 566	+ 608 026	+ 562 460	—

Au point de vue des stocks, l'exercice se clôture vec une augmentation de 562.460 tonnes.

Le tableau 5 montre l'évolution des stocks au cours es six dernières années, exprimés en journées de roduction.

De kolenvoorraden op de mijnen zijn in de loop van 1975 met 562.460 ton toegenomen.

In tabel 5 is de ontwikkeling van de voorraden in de loop van de jongste zes jaren in produktiedagen aangeduid.

TABLEAU 5

EQUIVALENT DES STOCKS EN JOURNEES DE PRODUCTION AU 31 decembre DE 1970 A 1975

TABEL 5

DE VOORRADEN OP 31 DECEMBER VAN 1970 tot 1975 IN PRODUKTIEDAGEN UITGEDRUKT

ours — Dagen

	1970	1971	1972	1973	1974	1975	
Sud	7,3	10,8	8,8	8,9	14,7	12,5	Zuiden
Campine	2,5	7,5	11,7	3,5	4,7	29,6	Kempen
Royaume	4,7	8,6	10,8	5,1	7,2	26,0	**Het Rijk**

ection II — Le personnel

2.1. — Effectifs

Le tableau 6.1 donne les effectifs ouvriers au 31 écembre 1975, en répartissant les travailleurs entre elges et étrangers.

Afdeling II — Personeel

2.1. — Personeelsbestand

In tabel 6.1 is het werkliedenbestand op 31 december 1975 aangeduid; de arbeiders zijn verdeeld in Belgen en gastarbeiders.

TABLEAU 6.1
PERSONNEL INSCRIT FIN 1975

TABEL 6.1
INGESCHREVEN PERSONEEL 1975

	SUD ZUIDEN	CAMPINE KEMPEN	ROYAUME HET RIJK	
FOND :				ONDERGROND :
Belges	1 061	7 078	8 139	Belgen
Etrangers	4 574	7 833	12 407	Gastarbeiders
TOTAL	5 635	14 911	20 546	TOTAAL
SURFACE :				BOVENGROND :
Belges	1 453	3 942	5 395	Belgen
Etrangers	576	182	758	Gastarbeiders
TOTAL	2 029	4 124	6.153	TOTAAL
FOND + SURFACE :				ONDER + BOVENGROND :
Belges	2 514	11 020	13 534	Belgen
Etrangers	5 150	8 015	13 165	Gastarbeiders
TOTAL	7 664	19 035	26 699	TOTAAL

Au niveau du Royaume, le nombre d'ouvriers inscrits au fond et à la surface a diminué de 1182 unités en 1975, passant de 27.881 à 26.699. Le nombre d'ouvriers du fond atteint 20.546, en diminution de 706 unités par rapport à 1974. A la surface (6153 inscrits), on note une diminution de 476 unités.

Pour l'ensemble des bassins du Sud le nombre d'ouvriers inscrits au fond et à la surface a diminué de 1383 unités, passant de 9047 à 7664. La diminution est de 1015 unités au fond et de 368 à la surface.

Par contre, dans le bassin de Campine le nombre d'ouvriers inscrits au fond et à la surface a augmenté de 201 unités (19.035 contre 18.834 fin 1974). On note une augmentation de 309 unités au fond et une baisse de 108 unités à la surface.

Le personnel occupé dans les mines de houille est composé pour la moitié environ de travailleurs qui n'ont pas la nationalité belge.

Au niveau du Royaume les étrangers représentent 60,4 % des ouvriers du fond. Dans le Sud cette proportion est de 81,17 %, tandis qu'elle est de 52,57 % en Campine.

Par contre, dans les installations de surface, le pourcentage de belges est plus élevé : 87,68 % au niveau du Royaume, 71,61 % dans le Sud et 95,59 % en Campine.

Voor heel het Rijk is het aantal ingeschreven onde grondse en bovengrondse arbeiders met 1182 vermi derd in 1975, nl. van 27.881 naar 26.699. Voor onderground waren 20.546 arbeiders ingeschreven, d 706 minder dan einde 1974. Op de bovengrond (61 ingeschrevenen) waren er 476 minder.

In de Zuiderbekkens is het aantal ingeschrev ondergrondse en bovengrondse arbeiders met 1383 ve minderd, nl. van 9047 naar 7664. Voor de onde grond waren er 1015 minder en op de bovengro 368.

In het Kempens bekken is het aantal ingeschrev ondergrondse en bovengrondse arbeiders daarenteg met 201 toegenomen in 1975 (19.035 tegen 18.8 einde 1974). Voor de ondergrond is er een stijgi van 309 arbeiders, voor de bovengrond een dali van 108 arbeiders.

Ongeveer de helft van de arbeiders die in de kol mijnen werken zijn niet van Belgische nationalite

Voor heel het Rijk zijn 60,4 % van de ond grondse mijnwerkers gastarbeiders. In het Zuiden dat 81,17 %, in de Kempen 52,57 %.

Bij de bovengrondse arbeiders zijn de Belg sterker vertegenwoordigd : 87,68 % voor heel land, 71,61 % in het Zuiden en 95,59 % in de Ke pen.

2.2. — La productivité

2.1) Rendements

La productivité, facteur primordial des résultats 'exploitation des houillères, peut être analysée, en preiière approximation, en calculant la production de ouille réalisée en moyenne par chaque ouvrier penant un poste de travail.

Toutefois, étant donné la différence d'un quart 'heure dans la durée des postes de travail dans les assins du Sud et dans celui de Campine, les rendeients, c'est-à-dire les productions par poste de ces assins, ne peuvent pas être comparés directement ntre eux.

Le tableau 6.2 donne pour les années 1974 et 1975 es rendements obtenus par les ouvriers de la taille, ar ceux du fond et par ceux du fond et de la surace réunis.

Le rendement moyen par poste réel n'a pas été calculé our le Royaume : la durée différente des postes de ravail dans les deux grandes régions du pays lui enleait beaucoup de sa signification.

Ce tableau montre que les rendements sont pratiquement inchangés dans le Sud. Par contre, en Campine, la situation s'est dégradée.

2.2. — Produktiviteit

22.1) Rendementen

De produktiviteit, een zeer belangrijke faktor voor de bedrijfsuitslagen van de kolenmijnen, kan men in de eerste plaats bepalen door de gemiddelde hoeveelheid kolen te berekenen die gedurende een arbeidsdienst door een arbeider voortgebracht wordt.

Maar omdat een arbeidsdienst in de Kempen een kwartier langer duurt dan in de Zuiderbekkens, kunnen de rendementen, d.w.z. de per dienst voortgebrachte hoeveelheden, van die bekkens niet rechtstreeks met elkaar vergeleken worden.

In tabel 6.2 zijn de rendementen van de pijlerarbeiders, de ondergrondse arbeiders en de ondergrondse en bovengrondse arbeiders samen voor de jaren 1974 en 1975 aangeduid.

Het gemiddeld rendement per werkelijke arbeidsdienst wordt voor heel het Rijk niet meer berekend, omdat het door het bestaan van arbeidsdiensten van ongelijke duur in de twee grote gewesten van het land veel van zijn betekenis verloren heeft.

Uit deze tabel blijkt dat de rendementen haast niet veranderd zijn in het Zuiden. In de Kempen zijn ze daarentegen sterk gedaald.

TABLEAU 6.2 — TABEL 6.2

RENDEMENTS MOYENS — GEMIDDELDE RENDEMENTEN

kg/poste — kg/dienst

	Ouvriers de la taille (y compris maîtrise et surveillance) — Pijlerarbeiders (inbegrepen meester- en toezichtspersoneel)		Ouvriers du fond (y compris maîtrise et surveillance) — Ondergrondse arbeiders (inbegrepen meester- en toezichtspersoneel)		Ouvriers du fond et de la surface réunis (y compris maîtrise et surveillance) — Ondergrondse en bovengrondse arbeiders samen (inbegrepen meester- en toezichtspersoneel)		
	1974	1975	1974	1975	1974	1975	
Sud	4 219	4 287	1 736	1 696	1 168	1 122	Zuiden
Campine	10 581	9 822	2 505	2 254	1 809	1 677	Kempen

22.2) Indices

Un autre moyen de mesurer la productivité du travail st de calculer *les indices de productivité,* définis omme le nombre de postes de travail nécessaires pour roduire 100 tonnes de houille.

Ici encore, les postes de travail dont il est question ont des postes réels, d'une durée de 8 h pour les uvriers du fond et de 8 h 15 pour ceux de la surface lans le Sud, de 8 h 15 et de 8 h 30 respectivement

22.2) Indices

Een ander middel om de arbeidsproduktiviteit te meten bestaat in het berekenen van de *produktiviteitsindices,* d.i. het aantal arbeidsdiensten die nodig zijn om 100 ton kolen voort te brengen.

Ook hier gaat het over arbeidsdiensten van werkelijke duur, d.w.z. 8 uren voor de ondergrondse en 8 uren 15 minuten voor de bovengrondse arbeiders in het Zuiden en van 8 uren 15 minuten en 8 uren

TABLEAU 7.2 TABEL 7.2

CAMPINE — KEMPEN 19

MOIS / MAAND	Ouvriers de la taille (postes de 8 h 15) / Pijler-arbeiders (diensten van 8 u 15) (1)		Autres ouvriers du fond (postes de 8 h 15) / Andere ondergrondse arbeiders (diensten van 8 u 15) (2)		Tous ouvriers fond (postes de 8 h 15) / Alle ondergrondse arbeiders (diensten van 8 u 15) (3) = (1) + (2)		Ouvriers de la surface (postes de 8 h 30) / Bovengrondse arbeiders (diensten van 8 u 30) (4)		Tous ouvriers fond et surface (postes réels) / Alle arbeiders onder- en bovengrond (werkelijke dienste (5) = (3) + (4	
	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte / Winst — of verlies
I	9,55	+ 0,10	32,76	+ 2,29	42,31	+ 2,39	14,98	— 0,40	57,29	+ 1,9
II	9,97	+ 0,52	33,54	+ 3,07	43,51	+ 3,59	14,92	— 0,46	58,43	+ 3,1
III	9,96	+ 0,51	33,41	+ 2,94	43,37	+ 3,45	14,65	+ 0,28	58,02	+ 2,7
IV	9,44	— 0,01	33,00	+ 2,53	42,44	+ 2,52	13,82	— 1,56	56,26	+ 0,9
V	10,04	+ 0,59	36,19	+ 5,72	46,23	+ 6,31	15 66	— 0,73	61,89	+ 6,5
VI	10,45	+ 1,00	36,03	+ 5,56	46,48	+ 6 56	16,14	+ 0,76	62,62	+ 7,3
VII	10,54	+ 1,09	33,99	+ 3 52	44,53	+ 4,61	16,27	+ 0,89	60,80	+ 5,5
VIII	10,67	+ 1,22	35,55	+ 5,08	46,22	+ 6,30	17,16	+ 1,78	63,38	+ 8,0
IX	10,65	+ 1,20	35,49	+ 5,02	46,14	+ 6,22	16,41	+ 1,03	62,55	+ 7,2
X	10,43	+ 0,98	33,88	+ 3,41	44,31	+ 4,39	15,16	— 0,22	59,47	+ 4,1
XI	10,28	+ 0 83	34,50	+ 4,03	44,78	+ 4,86	14,75	— 0 63	59,53	+ 4,2
XII	10,54	+ 1,09	32,85	+ 2,38	43,39	+ 3,47	14,15	— 1,23	57,54	+ 2,2
Moyenne annuelle 1975 / Jaargemiddelde 1975	10,18	+ 0,73	34,18	+ 3,71	44,36	+ 4,44	15,26	— 0,12	59,62	+ 4,3
Moyenne annuelle 1974 / Jaargemiddelde 1974	9,45		30,47		39,92		15,38		55,30	

fond et à la surface en Campine. Pour les ouvriers fond cette durée s'entend en Belgique descente et nonte comprises.

Les tableaux 7.1 et 7.2 donnent, respectivement pour nsemble des bassins du Sud et pour le bassin de mpine, les indices taille, fond et surface séparé-nt, exprimés en postes réels, dont la durée est pré-ée en tête de chaque colonne.

30 minuten onderscheidenlijk in de ondergrond en op de bovengrond in de Kempen. In België is de tijd voor het afdalen en het opstijgen van ondergrondse arbeiders in deze tijden begrepen.

In de tabellen 7.1 en 7.2 zijn, onderscheidenlijk voor al de Zuiderbekkens samen en voor de Kempen, de pijler-, de ondergrondse en de bovengrondse indices aangeduid in werkelijke diensten, waarvan de duur boven de kolommen vermeld is.

TABLEAU 7.1

'OLUTION DES INDICES DE PRODUCTIVITE E 1975 PAR RAPPORT A L'INDICE MOYEN DE 1974

IOMBRE DE POSTES DE TRAVAIL PRESTES PAR 100 TONNES NETTES DE HOUILLE EXTRAITE

TABEL 7.1

ONTWIKKELING VAN DE PRODUKTIVITEITS-INDICES VAN 1975 IN VERGELIJKING MET DE GEMIDDELDE INDICES VAN 1974

AANTAL ARBEIDSDIENSTEN VOOR EEN NETTOPRODUKTIE VAN 100 T

SUD — ZUIDEN 1975

MOIS IAANDEN	Ouvriers de la taille (postes de 8 h) Pijlerarbeiders (8 u diensten) (1)		Autres ouvriers du fond (postes de 8 h) Andere ondergrondse arbeiders (8 u diensten) (2)		Tous ouvriers du fond (postes de 8 h) Alle ondergrondse arbeiders (8 u diensten) (3) = (1) + (2)		Ouvriers de la surface (postes de 8 h 15) Bovengrondse arbeiders (diensten van 8 u 15 m) (4)		Tous ouvriers fond et surface (postes réels) Alle arbeiders onder- en bovengrond (werkelijke diensten) (5) = (3) + (4)	
	Indices Indices	Gain — ou perte + Winst — of verlies +	Indices Indices	Gain — ou perte + Winst — of verlies +	Indices Indices	Gain — ou perte + Winst — of verlies +	Indices Indices	Gain — ou perte + Winst — of verlies +	Indices Indices	Gain ou perte + Winst — of verlies +
	22,09	— 1 61	32,81	— 1,26	54,90	— 2,87	25,93	— 2,00	80,83	— 4 87
	23,35	— 0,35	33,34	— 0,73	56,69	— 1,08	26 23	— 1,70	82,92	— 2,78
	23,72	+ 0,02	35,08	+ 1,01	58 80	+ 1,03	28,38	+ 0,45	87,18	+ 1,48
	23,98	+ 0,28	34,69	+ 0.62	58,67	+ 0,90	27,48	— 0,45	86,15	+ 0,45
	23 79	+ 0,09	36,37	+ 2,30	60,16	+ 2,39	29,01	+ 1 08	89 17	+ 3,47
	23,19	— 0,51	35,66	+ 1,59	58,85	+ 1,08	30,63	+ 2,70	89,48	+ 3,78
	22,66	— 1,04	42,36	+ 8,29	65,02	+ 7,25	49,66	+ 21,73	114,68	+ 28,98
I	23,66	— 0,04	39 03	+ 4,96	62,69	+ 4,92	39,53	+ 11,60	102,22	+ 16,52
	23,95	+ 0 25	37,47	+ 3,40	61,42	+ 3,65	33 14	+ 5,21	94,56	+ 8,86
	22,32	— 1,38	34,75	+ 0,68	57,07	— 0,70	29,89	+ 1,96	86,96	+ 1,26
	23,71	+ 0,01	36,88	+ 2,81	60 59	+ 2,82	29,89	+ 1,96	90,48	+ 4.78
	23,47	— 0,23	37,16	+ 3 09	60,63	+ 2,86	29,72	+ 1,79	90,35	+ 4,65
yenne nnuelle 1975 rgemiddelde 975	23,33	— 0,37	35,62	+ 1,55	58.95	+ 1,18	30,16	+ 2,23	89,11	+ 3,41
yenne nnuelle 1974 rgemiddelde 974	23,70		34,07		57,77		27,93		85,70	

Le tableau 7.3 donne en outre, à titre indicatif, *pour le Royaume* les mêmes indices *exprimés en postes de 8 h*. Les chiffres de ce dernier tableau ne sont donc directement comparables ni à ceux du tableau 7.1, ni à ceux du tableau 7.2. Ils n'ont qu'une valeur indicative car les 15 ou 30 minutes de différence entre la durée du poste réel et la durée d'un poste fictif de 8 h constituent un temps de travail effectif qui n'est pas affecté par les temps morts compris dans le poste réel (descente, remonte, trajets au fond, repas, etc.) de sorte que l'efficacité d'un poste réel de 8 h 15 ou de 8 h 30 est supérieure au produit de celle d'un poste réel de 8 h par 8,25/8 ou 8,50/8.

In tabel 7.3 zijn die indices bovendien *voor he het Rijk in diensten van 8 uren omgerekend.* D cijfers van deze tabel kunnen niet rechtstreeks met d van tabel 7.1, noch met die van tabel 7.2 vergeleke worden. Zij zijn slechts een aanwijzing, want de 1 of 30 minuten verschil tussen de duur van de werk lijke dienst en die van een fictieve dienst van 8 ure zijn eigenlijke arbeidstijd zonder verlies voor de ve lettijden die in de werkelijke dienst begrepen zij (afdalen, opstijgen, ondergronds traject, schafttij enz.), zodat het nuttig effect van een werkelijke dien van 8 uren 15 of van 8 uren 30 minuten groter dan dat van een werkelijke dienst van 8 uren verm nigvuldigd met 8,25/8 of 8,50/8.

TABLEAU 7.3 — TABEL 7.3

ROYAUME — HET RIJK 197

Postes réels convertis en postes de 8 h — Werkelijke diensten in diensten van 8 u omgerekend

MOIS / MAANDEN	Ouvriers de la taille / Pijler-arbeiders (1)		Autres ouvriers du fond / Andere ondergrondse arbeiders (2)		Tous ouvriers fond / Alle ondergrondse arbeiders (3) = (1) + (2)		Ouvriers de la surface / Bovengrondse arbeiders (4)		Tous ouvriers fond et surface / Alle arbeiders onder- en bovengrond (5) = (3) + (4)	
	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte + / Winst — of verlies +	Indices / Indices	Gain — ou perte / Winst — of verlies +
I	12 57	— 0,67	33,51	+ 1,49	46,08	+ 0,82	18,31	— 0,63	64 39	+ 0,19
II	13,22	— 0,02	34,26	+ 2,24	47,48	+ 2,22	18 36	— 0,58	65,84	+ 1,64
III	12,99	— 0,25	34,60	+ 2,58	47 58	+ 2,33	18,38	— 0,56	65,97	+ 1,77
IV	12,64	— 0,60	34 13	+ 2,11	46,77	+ 1,51	17,48	— 1,46	64,25	+ 0,05
V	13 53	+ 0,29	37,04	+ 5,31	50,57	+ 5,31	19,77	+ 0,83	70 34	+ 6,14
VI	13,37	+ 0,13	36,79	+ 4,77	50,16	+ 4,90	20 22	+ 1,28	70,38	+ 6,18
VII	11,97	— 1,27	35,69	+ 3,67	47,66	+ 2,40	20,46	+ 1,52	68,12	+ 3,92
VIII	13,27	+ 0,03	37 03	+ 5,01	50,30	+ 5,04	22,25	+ 3,31	72,55	+ 8,35
IX	13 56	+ 0,32	36,66	+ 4,64	50,22	+ 4,96	20,74	+ 1,80	70 96	+ 6,76
X	13,08	— 0,16	34,86	+ 2,84	47,94	+ 2,68	19 05	+ 0,11	66,99	+ 2,79
XI	13,09	— 0,15	35,79	+ 3,77	48 88	+ 3,62	18,53	+ 0,41	67,41	+ 3,21
XII	13,52	+ 0,28	34 54	+ 2,52	48,05	+ 2,80	18,29	+ 0,65	66,35	+ 2,15
Moyenne annuelle 1975 / Jaargemiddelde 1975	13 07	— 0,17	35,30	+ 3,28	48,37	+ 3,11	19,17	+ 0,23	67 54	+ 3,34
Moyenne annuelle 1974 / Jaargemiddelde 1974	13,24		32,02		45,26		18,94		64,20	

Dans le Sud et en Campine, l'indice global moyen marque une dégradation.

Au niveau du Royaume, les indices généraux exprimés en postes de huit heures marquent une évolution défavorable.

In het Zuiden en in de Kempen is de totale inde toegenomen.

Voor heel het Rijk verloopt de ontwikkeling va de algemene indices, in diensten van acht uren omg rekend, in ongunstige zin.

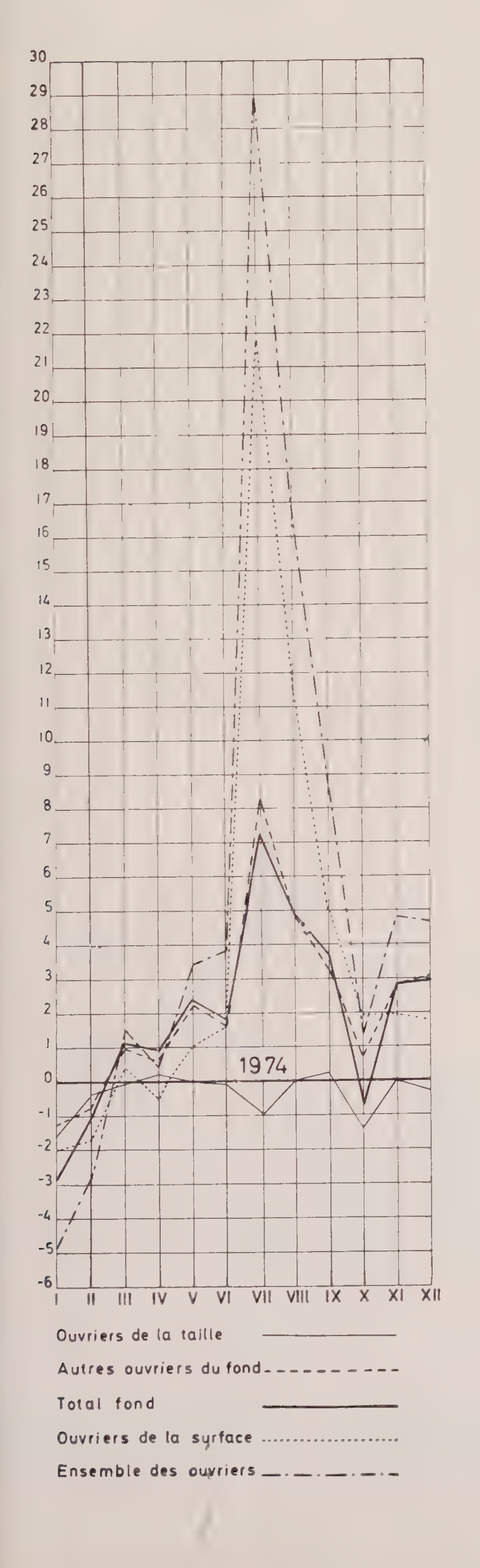
Les graphiques ci-dessous expriment d'une manière ıs parlante l'évolution mise en évidence par les ɔleaux 7.1 et 7.2.

De ontwikkeling die in de tabellen 7.1 en 7.2 weergegeven wordt, komt nog duidelijker tot uiting in onderstaande grafieken.

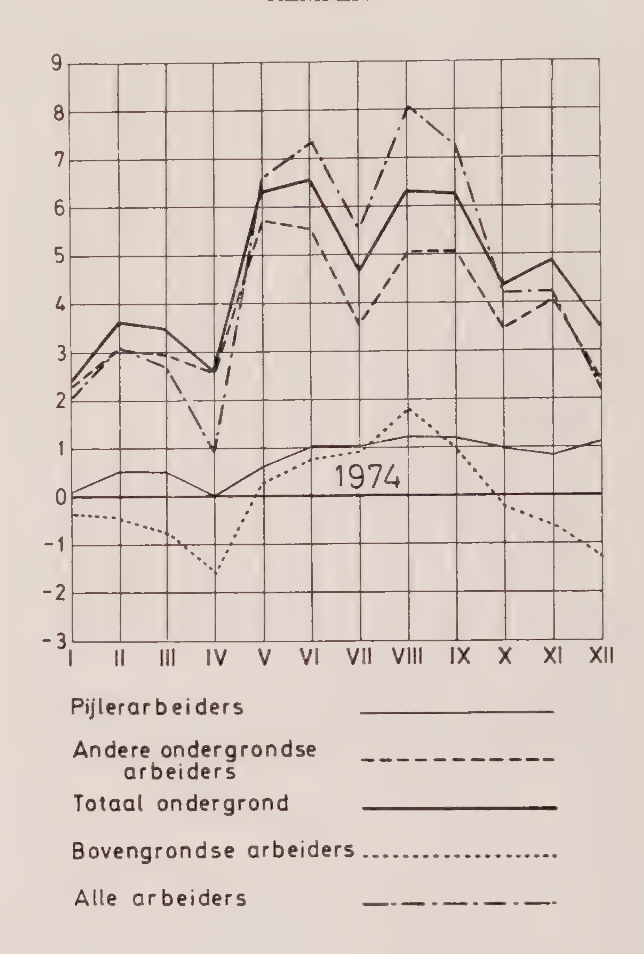
/OLUTION DES INDICES MENSUELS DE PRO-ICTIVITE EN 1975 PAR RAPPORT A L'INDICE MOYEN ANNUEL CORRESPONDANT DE 1974

ONTWIKKELING VAN DE MAANDELIJKSE PRODUKTIVITEITSINDICES IN 1975 IN VERGELIJKING MET DE OVEREENKOMSTIGE GEMIDDELDE JAARINDEX VAN 1975

SUD
ZUIDEN



CAMPINE
KEMPEN



Postes prestés en plus ou moins par 100 t. nettes extraites.
Meer of minder diensten verricht per 100 t. nettoproduktie.

2.3. — Durée du travail

Le régime journalier de la durée du travail en vigueur dans les mines au cours de l'année 1975 est resté le même qu'au cours des années précédentes.

Deux régimes de travail distincts existent toujours, l'un pour le bassin de Campine, l'autre pour les bassins du Sud, comme le rappellent les en-têtes des colonnes des tableaux 7.1 et 7.2 ci-dessus.

La semaine de cinq jours avec samedi chômé est appliquée partout depuis juillet 1968.

La convention qui en détermine les modalités d'application fixe le nombre de journées de travail offertes à chaque ouvrier pendant les jours normalement ouvrés par période fixe de 52 semaines à 244 en Campine et à 233 dans les bassins du Sud (convention du 19 janvier 1968).

Dans un siège déterminé, un jour est dit « ouvré » lorsque l'effectif normal des ouvriers du fond a été appelé au travail, et qu'il a effectivement travaillé, quelle que soit l'extraction réalisée.

Au cas où une fraction de n % de l'effectif inscrit du fond est convoquée (un poste de travail par exemple), on considère qu'il s'agit d'une fraction de n % de jour ouvré.

Les jours où un effectif restreint d'ouvriers d'entretien est seul appelé au travail ne sont pas considérés comme jours ouvrés.

Le nombre moyen de jours de présence effective des ouvriers du fond a évolué comme suit au cours des dernières années :

2.3. — Arbeidsduur

In 1975 hebben de mijnen op het stuk van (arbeidsduur dezelfde regeling toegepast als de vori jaren.

Er zijn nog altijd twee arbeidsregelingen, een vo het Kempens bekken en een voor de Zuiderbekker zoals uit de titels van de kolommen van de tabell 7.1 en 7.2 blijkt.

Sinds juli 1968 wordt de vijfdagenweek, met (zaterdag als rustdag, overal toegepast.

De overeenkomst die de toepassingsmodaliteiten v deze regeling bepaalt, heeft het aantal dagen waar een arbeider op de gewerkte dagen normaal kan we ken op 244 per vaste periode van 52 weken vastg steld in de Kempen en op 233 in de Zuiderbekke (overeenkomst van 19 januari 1968).

In een bepaalde zetel noemt men een « gewerk dag » iedere dag waarop het normale aantal voor (ondergrond ingeschreven arbeiders verzocht was te we ken en daadwerkelijk gewerkt heeft, om het even ho veel kolen opgehaald zijn.

Was slechts n % van het ondergronds persone opgeroepen (één dienst b.v.), dan wordt die dag a n % van een gewerkte dag beschouwd.

Dagen waarop enkel een beperkt aantal onderhoud werklieden verzocht waren te werken, worden niet a gewerkte dagen beschouwd.

Het gemiddeld aantal dagen waarop de onde grondse mijnwerkers daadwerkelijk aanwezig waren tijdens de jongste jaren als volgt geëvolueerd :

TABLEAU 8 — TABEL 8

JOURS DE PRESENCE — AANWEZIGHEIDSDAGEN

Année Jaar	Jours de présence par an Aanwezigheidsdagen per jaar	Année Jaar	Jours de présence par an Aanwezigheidsdagen per jaar
1957	230,0	1968	191,0
1960	190,0	1970	174,8
1962	201,2	1972	183,4
1964	206,5	1974	177,1
1966	192,8	1975	173,2

Ce nombre moyen est de 184,7 en Campine et de 144,9 dans le Sud.

Le lecteur trouvera plus de détails à ce sujet dans les « Aspects techniques de l'Industrie charbonnière belge en 1975 », étude qui sera publiée ultérieurement.

In de Kempen was dat 184,7 dagen en in het Zuid 144,9 dagen.

Meer bijzonderheden hierover zullen later in (« Technische kenmerken van de Belgische koleno ginning in 1975 » gepubliceerd worden.

TABLEAU 9

MBRE DE JOURS OUVRES ET PRODUCTION MOYENNE EN TONNES PAR JOUR OUVRE

TABEL 9

AANTAL GEWERKTE DAGEN EN GEMIDDELDE PRODUKTIE IN TON PER GEWERKTE DAG

1975

MOIS / MAAND	Sud / Zuiden: Jours ouvrés / Gewerkte dagen	Sud / Zuiden: Prod. Journ. / Dag. Prod.	Campine / Kempen: Jours ouvrés / Gewerkte dagen	Campine / Kempen: Prod. Journ. / Dag. Prod.	Royaume / Het Rijk: Jours ouvrés / Gewerkte dagen	Royaume / Het Rijk: Prod. Journ. / Dag. Prod.
5 I	20 33	7 958	22,00	25 664	21 50	33 786
II	19,86	7 527	19,88	25 831	19,87	33 367
III	19,16	7 277	20,00	26 593	19,75	33 985
IV	22,00	7 044	22,00	27 327	22,00	34 371
V	18,78	7 080	16,69	25 192	17,29	32 040
VI	20,00	6 419	21,00	23 005	20,71	29 526
VII	9,38	4 713	19 86	21 282	16,88	27 666
VIII	19,61	4 495	19,65	20 484	19 63	24 995
IX	21,96	5 598	22,00	22 466	21,99	28 067
X	23,00	6 144	23,00	24 240	23,00	30 385
XI	18,76	6 438	19,83	25 789	19,53	32 369
XII	19 90	6 287	18,22	25 721	18,68	31 785
tal - Totaal	232,76	—	244,13	—	240,83	—
yenne de l'année rgemiddelde	—	6 474	—	24 461	—	31 054

Pour une région considérée, la production moyenne par jour ouvré est le quotient de la production annuelle totale de cette région par le nombre de jours ouvrés de cette région.

(*) Voor een bepaalde streek bekomt men de gemiddelde produktie per gewerkte dag door de totale jaarproduktie van de streek door het aantal gewerkte dagen van de streek te delen.

Il convient de noter ici qu'en Campine, il n'y a pas nterruption collective du travail pour congés payés : congés octroyés à chaque ouvrier sont répartis sur e longue période sans que l'extraction soit interrome.

Cette circonstance explique que le nombre de jours vrés dans ce bassin soit notablement supérieur en llet au nombre correspondant pour le Sud (19,86 ntre 9,38), comme l'indique le tableau 9 ci-dessus.

Par ailleurs, la durée de l'interruption collective du vail à l'époque des congés payés est de trois ou de atre semaines, les jours de la quatrième semaine de ngé étant parfois pris individuellement pendant les ırs ouvrés.

2.4. — Salaires

Les chiffres de salaires qui sont fournis ci-après nnent uniquement compte des salaires gagnés au ırs de prestations effectives normales à l'exclusion

Hierbij dient aangestipt, dat in de Kempen het werk niet stilgelegd wordt voor de vakantie. De verlofdagen die aan iedere arbeider worden toegestaan, worden over een lange periode gespreid, zonder dat de kolenwinning stilgelegd wordt.

Dit verklaart waarom het aantal gewerkte dagen in juli in de Kempen veel hoger ligt dan in het Zuiden (19,86 tegen 9,38), zoals uit bovenstaande tabel 9 blijkt.

Elders wordt het werk drie of vier weken stilgelegd ten tijde van de vakantie; de verlofdagen van de vierde week worden soms op gewerkte dagen genomen.

2.4. — Lonen

De hieronder aangeduide lonen houden alleen rekening met het loon verdiend met werkelijk verrichte en normale prestaties, met uitsluiting van elke bezoldi-

de toute rémunération pour heures supplémentaires ou prestations supplémentaires des dimanches et jours fériés. Le salaire journalier moyen brut a été obtenu en divisant le montant total des salaires bruts gagnés pour prestations normales par le nombre total de postes d'une durée réelle de 8 h ou 8 h 15 au fond, de 8 h 15 ou 8 h 30 à la surface selon le régime de travail en vigueur dans le bassin considéré.

Le tableau 10 donne en détail pour les deux régions minières belges, les salaires journaliers moyens bruts des ouvriers à veine, des ouvriers du fond en général et des ouvriers de la surface, ainsi que de l'ensemble des ouvriers du fond et de la surface.

On observera qu'en application de l'accord de « programmation sociale 1975 » et de la convention du 30 décembre 1970, liant les salaires à l'indice des prix à la consommation, le salaire journalier normal moyen brut toutes catégories a subi en 1975 une nouvelle augmentation nominale importante (+ 21,8 % toutes catégories réunies et pour le Royaume).

ging voor overuren, zondagwerk of prestaties op fee dagen. Het gemiddelde brutodagloon is verkregen do het totaal bedrag van de brutolonen verdiend met no male prestaties te delen door het totaal aantal die sten met een werkelijke duur van 8 uren of 8 ur 15 minuten in de ondergrond, van 8 uren 15' 8 uren 30 op de bovengrond, naar gelang van arbeidsregeling die in het beschouwde bekken v kracht is.

In tabel 10 zijn de gemiddelde brutolonen per d van de houwers, de ondergrondse, de bovengrond en de ondergrondse en bovengrondse arbeiders sam voor elk van de twee Belgische mijnstreken aang duid.

Men ziet dat het gemiddeld normaal brutoloon p dag weer een belangrijke nominale stijging meeg maakt heeft (+ 21,8 % voor alle kategorieën arbe ders samen in heel het Rijk), dank zij de sociale pr grammatieovereenkomst 1975 en de overeenkomst v 30 december 1970 betreffende de koppeling van lonen aan het indexcijfer van de consumptieprijzen.

TABLEAU 10 — TABEL 10

SALAIRES JOURNALIERS MOYENS BRUTS — GEMIDDELDE BRUTOLONEN PER DAG

en F

	Ouvriers à veine / Kolenhouwers		Ouvriers du fond (ouvr. à veine compris) / Ondergrondse arbeiders (houwers inbegrepen)		Ouvriers de la surface / Bovengrondse arbeiders		Ouvriers de toutes cate gories (fond et surfac / Alle kategorieën arbe (onder- en bovengron	
	1974	**1975**	**1974**	**1975**	**1974**	**1975**	**1974**	**1975**
Sud — Zuiden	1 653,61	2 058,21	1 374,35	1 696,85	934,51	1 146,27	1 235,,44	1 517,47
Campine — Kempen	1 529,66	1 857,23	1 338 16	1 608,41	1 051,18	1 279,88	1 258,99	1 525,72
Royaume — Het Rijk	1 573,07	1 906,32	1 349,72	1 630,22	1 008,90	1 237,14	1 251,18	1 523,52

Le tableau 11 donne pour chaque région le salaire brut par tonne nette extraite.

In tabel 11 is voor ieder streek het brutoloon p netto gewonnen ton aangeduid.

TABLEAU 11 — TABEL 11

SALAIRES BRUTS PAR TONNE EXTRAITE — BRUTOLONEN PER NETTO GEWONNEN TO

en F

	Salaires bruts par tonne nette et extraite / Brutolonen per netto gewonnen ton		Augmentation par rapport à 1974 / Verschil ten opzichte van 1974		
	1974	**1975**			
Sud	991,53	1 266,55	+ 275,02	+ 27,74 %	Zuiden
Campine	682,21	884,37	+ 202,16	+ 29,63 %	Kempen
Royaume	759,92	961,38	+ 201,46	+ 26,51 %	**Het Rijk**

Le tableau 12 permet de suivre l'évolution de ce laire brut par tonne nette extraite de 1957 à 1975.

On y constatera que le salaire brut moyen par tonne xtraite poursuit le mouvement ascensionnel portant our 1975 le salaire brut à la tonne à 244 % de son iveau de 1957 et de près de 961 F.

Aan de hand van tabel 12 kan de ontwikkeling van dat brutoloon per netto gewonnen ton van 1957 tot 1975 gevolgd worden.

Men ziet dat het gemiddeld brutoloon per gewonnen ton toegenomen is en nu bijna 961 F per ton bedraagt, d.i. 244 % van het bedrag van 1957.

TABLEAU 12

SALAIRES BRUTS PAR TONNE NETTE EXTRAITE DE 1957 à 1975

TABEL 12

ONTWIKKELING VAN DE BRUTOLONEN PER NETTO GEWONNEN TON VAN 1957 TOT 1975

	BASSINS — BEKKENS					
	Sud Zuiden		Campine Kempen		**Royaume Het Rijk**	
957	446,37	100	300,80	100	394,51	100
960	360,93	81	273,97	91	324,62	82
961	346,68	78	264,00	88	309,78	79
963	389,89	87	295,12	98	345,34	88
965	437,79	98	333,89	111	386,83	98
967	452,55	101	332,95	111	388,09	98
969	516,33	116	341 06	113	409,90	104
971	613,80	137	421,40	140	485,44	123
973	830,11	186	569,64	189	645,35	164
974	991,53	222	682,21	227	759 92	193
975	1 266 55	284	884,37	294	961,38	244

3. — Prix des charbons

En 1975, il y a eu un seul nouveau barème des rix de vente des charbons (Barème soumis à l'approation de la Commission des Communautés européenes en application de l'article 60, alinéa 2, du Traité e Paris).

Les prix de quelques qualités caractéristiques sont eproduits au tableau 13 ci-dessous, tels qu'ils résultent u barème n° 39 applicable au 1er janvier 1975.

Il ne faut pas perdre de vue que les prix départine indiqués dans ce tableau sont pour certaines catéories et spécialement pour les anthracites calibrés, fectés par certains producteurs de primes de qualité ui sont de 25 à 75 F/t selon le producteur, oire même dans un cas 125 F/t.

3. — De kolenprijzen

In 1975 is één nieuwe prijzenschaal voor kolen verschenen en bij toepassing van artikel 60, tweede lid, van het Verdrag van Parijs voor goedkeuring aan de Commissie van de Europese Gemeenschappen voorgelegd.

De prijzen van enkele typische kwaliteiten zijn in onderstaande tabel 13 aangeduid. Het zijn de prijzen van de prijzenschaal nr. 39, die sedert 1 januari 1975 van kracht is.

Opgemerkt zij, dat de in deze tabel vermelde prijzen « af mijn » door sommige producenten voor bepaalde kategorieën en speciaal voor gekalibreerde antraciet, verhoogd worden met kwaliteitspremiën, die van 25 tot 75 F/t en in één geval zelfs 125 F/t kunnen bedragen, naar gelang van de producent.

TABLEAU 13
PRIX DES CHARBONS
A PARTIR DU 1 JANVIER 1975

TABEL 13
KOLENPRIJZEN
VANAF 1 JANUARI 1975

Sortes / Soorten	Teneurs - Gehalte: cendres / as	Teneurs - Gehalte: eau / water	Gras B / Vetk. B	Gras A / Vetk. A	½ Gras / ½ Vetk.	Maigres et anthracites b / Magerk. en antraciet b	Anthracite Hainaut / Antrac. Henegouwen	Anthracite Liège / Antrac. Luik
Schlamms Kolenslik	30	20	1 160	1 160	—	1 160	1 160	1 160
Poussiers bruts Ongewassen stofkolen	30	7	1 350	1 350	—	1 350	1 350	1 350
Fines lavées Gewassen fijnkolen	10	7 (1) - 7	2 435 2 450	2 465 2 500	—	1 900	1 900	1 900
6/12	4 - 8 5 - 7 (3)	5 (2) - 6	2 450	—	—	2 100	2 420	2 420
12/22	4 - 8	5	—	—	—	3 025	3 080	3 190
18/30-20/30	4 - 6	5	2 450	2 500	—	—	—	—
18/30-20/30	4 - 8	5	—	—	2 660	2 970	3 135	2 245
30/50	4 - 6	5	2 450	2 500	—	—	—	—
	4 - 8	5	—	—	2 540	2 860	2 860	2 910

(1) 7 seulement pour les gras A et B de Campine.
(2) 5 seulement pour les gras A de Campine.
(3) 5-7 seulement pour les gras A de Campine.

(1) Slechts 7 voor vetkolen A en B uit de Kempen.
(2) Slechts 5 voor vetkolen A uit de Kempen.
(3) 5-7 voor vetkolen A uit de Kempen.

4. — Résultats

Si l'on compare les résultats obtenus par les houillères belges en 1975 à ceux des années antérieures, on note une nouvelle aggravation sensible de la situation économique de l'industrie charbonnière dans le Sud et une légère dégradation dans le Nord.

Le tableau 14 donne les résultats provisoires d'exploitation des mines de houille en 1975.

La valeur nette globale des charbons extraits en Belgique s'est élevée à 14.358.608.800 F, soit 1920 F/tonne.

Cette valeur de la production tient compte de :

1) la valeur réelle des ventes;
2) la valeur selon barème des cessions aux activités connexes et aux usines de l'entreprise;
3) la valeur selon barème des consommations propres;
4) la valeur selon barème du charbon gratuit enlevé;
5) l'abattement sur mise au stock;
6) la différence entre la valeur d'écoulement des charbons repris au stock et leur valeur de mise au stock;

4. — Uitslagen

Als men de uitslagen van de Belgische kolenmijnen in 1975 met die van de vorige jaren vergelijkt, ziet men dat de economische toestand van de Belgische kolennijverheid weer merkelijk verslechterd is in het Zuiden en in mindere mate in de Kempen.

In tabel 14 zijn de voorlopige bedrijfsuitslagen van de kolenmijnen in 1975 aangeduid.

De totale nettowaarde van de in België gewonnen kolen bedroeg 14.358.608.800 F, d.i. 1920 F/ton.

Deze waarde van de produktie is berekend op :

1) de werkelijke waarde van de verkochte kolen;
2) de waarde volgens het barema, van de aan nevenbedrijven en fabrieken van de onderneming afgestane kolen;
3) de waarde volgens het barema, van de zelf verbruikte kolen;
4) de waarde volgens het barema, van de kosteloos afgehaalde kolen;
5) de waardevermindering bij het vormen van voorraden;
6) het verschil tussen de afzetwaarde van de kolen genomen van de voorraden en hun waarde bij het vormen van de voorraden;

7) la différence de prix sur exportation et les rabais d'alignement.

Ces chiffres ne tiennent pas compte de la valeur des schistes valorisés.

En 1974, d'après les mêmes données provisoires, la valeur moyenne correspondante avait été de 1332 F/t; on a donc enregistré d'une année à l'autre, un relèvement de la valeur moyenne à la tonne des charbons extraits : + 588 F/t.

En comparant cette valeur de la production, augmentée de la valeur des schistes, aux dépenses totales de l'année, immobilisations comprises, il est possible de dégager le résultat d'exploitation qui se traduit par une perte de 812,76 F/t pour l'ensemble des mines du pays, contre 746,80 et 851,90 F/t en 1974 et 1973 respectivement.

Le résultats d'exploitation, lourdement déficitaires, surtout dans les bassins du Sud, se traduisent pour l'ensemble par une perte égale à 42 % de la valeur

7) het verschil in prijs voor uitgevoerde kolen en de gelijkstellingskortingen.

Deze cijfers houden geen rekening met de waarde van de gevaloriseerde kolenschist.

In 1974 bedroeg de overeenkomstige gemiddelde waarde volgens dezelfde voorlopige gegevens 1332 F/t; de gemiddelde waarde per ton van de gewonnen kolen is dus met 588 F/t gestegen.

Wanneer men de waarde van de produktie, verhoogd met de waarde van de schist, met de totale uitgaven van het jaar vergelijkt, de vastleggingsuitgaven inbegrepen, bekomt men de bedrijfsuitslag, die voor alle mijnen samen neerkomt op een verlies van 812,76 F per ton, tegenover 746,80 F/t in 1974 en 851,90 F/t in 1973.

De bedrijfsuitslagen, die vooral in de Zuiderbekkens sterk negatief zijn, komen alles samen genomen neer op een verlies van 42 % van de waarde van de pro-

TABLEAU 14

Résultats provisoires de l'exploitation des mines de houille en 1975

TABEL 14

Voorlopige uitslagen van de ontginning van steenkolenmijnen in 1975

		Sud Zuiden	Campine Kempen	**Royaume Het Rijk**		
Nombre de mines . . .		7	1	8		**Aantal mijnen**
Production nette . . .	t	1 506 993	5 971 710	7 478 703	t	Netto produktie
Valeur de vente de cette production . .	F F/t	2 562 577 900 1 700,45	11 796 030 900 1 975,30	14 358 608 800 1 919,90	F F/t	Verkoopwaarde van deze produktie
Valeur des schistes . .	F F/t	1 204 700 0,80	30 812 200 5,20	32 016 900 4,28	F F/t	Waarde van de kolenschist
Dépenses d'exploitation.	F F/t	5 487 154 300 3 641,12	14 705 191 100 2 462,50	20 192 345 400 2 699,90	F F/t	Bedrijfsuitgaven
Dépenses d'immobilisation	F F/t	45 806 600 30,40	230 877 200 38,70	276 683 800 37,00	F F/t	Vastleggingsuitgaven
Résultats d'exploitation.	F F/t	— 2 969 178 300 — 1 970,27	— 3 109 225 200 — 520,70	— 6 078 403 500 — 812,76	F F/t	Bedrijfsuitslagen
Comptes de résultats (1)	F F/t	2 862 816 900 1 899,68	2 983 873 400 499,70	5 846 690 300 781,77	F F/t	Uitslagrekeningen (1)
Résultat final (2) . . .	F F/t	— 106 361 400 — 70,59	— 125 351 800 — 21,00	— 231 713 200 — 30,98	F F/t	Einduitslag (2)

(1) Subsides de l'Etat admis pour le calcul de la redevance proportionnelle aux propriétaires de surface et subsides d'exploitation.
(2) Pour apprécier la portée réelle de ce « résultat final », le lecteur est prié de se reporter au texte.

(1) Rijkstoelagen, die voor het berekenen van het evenredig mijnrecht voor de grondeigenaars in aanmerking genomen worden en exploitatietoelagen.
(2) Om de juiste betekenis van deze « einduitslag » te beoordelen, wordt de lezer verzocht de tekst te raadplegen.

de la production. Ils ne sont supportables que dans la mesure où ils sont compensés par des subsides d'exploitation de l'Etat (6.078.403.500 F en 1975, soit 812,76 F/t).

Il convient de préciser toutefois que ce résultat d'exploitation ne correspond pas nécessairement au solde des bilans des sociétés charbonnières, où les dépenses de premier établissement sont amorties en plusieurs années et où les résultats des activités connexes, généralement bénéficiaires, atténuent les pertes de la houillère proprement dite. L'évaluation administrative du résultat d'exploitation est faite suivant des règles fixées par les lois et arrêtés royaux relatifs à la détermination de la redevance proportionnelle due par les concessionnaires de mines aux propriétaires du sol. Ces règles écartent du calcul les activités connexes (centrales électriques, fabriques d'agglomérés, vente au comptant etc...) ainsi que les amortissements, les revenus et les charges financiers, et d'autres éléments considérés comme étrangers à l'exploitation de la houillère proprement dite.

Pour obtenir le résultat final des houillères, il y a lieu d'ajouter au résultat d'exploitation les « comptes de résultat » à savoir les subsides reçus de l'Etat.

Pour l'ensemble des mines du Royaume, il semble y avoir, selon ces règles particulières, une perte de 30,98 F/t alors qu'en 1974 elles conduisaient à une perte apparente de 2,10 F/t.

Encore convient-il de noter que le résultat final obtenu de la sorte a souvent une apparence plus favorable que le résultat social réel car des dépenses telles que les charges financières ne sont pas prises en considération, non plus qu'aucun amortissement, alors que les subsides de l'Etat comprennent parfois des subventions pour charges financières.

Le tableau 14.1 montre l'incidence de ces corrections complémentaires sur le résultat réel des houillères, compte non tenu des bénéfices éventuels tirés des activités connexes.

L'importance de ces corrections montre que l'industrie charbonnière belge ne peut poursuivre son activité que grâce à la compensation de ses pertes d'exploitation et autres par des subsides de l'Etat, lesquels ont encore atteint au total en 1975 plus de 6 milliards de francs (6.103.205.200 F).

dukten. Ze kunnen alleen gedragen worden in zover ze door rijkstoelagen gedekt worden (6.078.403.50 in 1975 of 812,76 F/t).

Hierbij dient evenwel aangestipt dat deze bedrijfs uitslag niet noodzakelijk overeenstemt met het sald van de balansen van de ondernemingen, aangezien d vastleggingsuitgaven in de balans over verscheiden jaren afgeschreven worden en de uitslagen van d nevenbedrijven, die doorgaans winstgevend zijn, h verlies van de eigenlijke mijn milderen. De adminis tratieve raming van de bedrijfsuitslag geschiedt volgen de regelen die in de wetten en koninklijke besluite betreffende het vaststellen van het door de conces sionaris aan de grondeigenaar verschuldigde evenredig mijnrecht bepaald zijn. Volgens die voorschrifte wordt de bedrijfsuitslag berekend zonder dat de neven bedrijven (elektrische centrales, brikettenfabrieken detailverkoop, enz.) of de afschrijvingen, de financiële inkomsten en lasten en andere posten die geacht wor den niet tot de ontginning van de eigenlijke mijn t behoren, in aanmerking worden genomen.

Om de einduitslag van de mijnen te bekomen, dien men bij de bedrijfsuitslag de « uitslagrekeningen » t voegen, met name de rijkstoelagen.

Voor alle mijnen samen schijnt er volgens dez bijzondere regelen een verlies van 30,98 F/t te bestaan dan wanneer ze in 1974 een schijnbaar verlies va 2,10 F/t opleverden.

Hierbij dient te worden aangestipt dat de aldus ver kregen einduitslag dikwijls beter lijkt dan de werke kelijke uitslag van de maatschappij, omdat uitgaven zoals de financiële lasten niet in aanmerking genome worden, evenmin als de afschrijvingen trouwens, hoe wel de rijkstoelagen soms toelagen voor financiël lasten bevatten.

In onderstaande tabel 14.1 is de weerslag van dez bijkomende verbeteringen op de werkelijke uitslag va de kolenmijnen aangeduid, eventuele winsten uit neven bedrijven en andere activiteiten terzijde gelaten.

Uit de omvang van deze verbeteringen blijkt, da de Belgische kolenindustrie enkel kan blijven werke omdat haar bedrijfs- en andere verliezen door rijkstoe lagen gedekt worden; deze bedroegen in totaal wee meer dan 6 miljard frank (6.103.205.200 F) in 1975

TABLEAU 14.1 TABEL 14.1

1975 F/t

	Résultat final suivant tableau 14 / Einduitslag volgens tabel 14	Subsides complémentaires / Bijkomende toelagen voor				Autres charges / Andere lasten			Résultat final corrigé / Verbeterde einduitslag	
		d'amortissement / afschrijvingen	pour charges financières / financiële lasten	divers / allerlei	total subs. complémentaires / totaal bijk. toelagen	Résultats * financiers / Financiële uitslagen *	Amortissements / Afschrijvingen	Total charges / Totaal andere lasten		
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9) =(1)+(5)+(8)	
Sud	— 70,59	—	+ 2,18	+ 2,56	+ 4.74	— 24,05	— 76,58	— 100,63	— 166,48	Zuiden
Campine	— 21,0	—	+ 11,73	— 8,78	+ 2,95	— 11,73	— 37,52	— 49,25	— 67,30	Kempen
ROYAUME	— 30,98	—	+ 9,81	— 6,49	+ 3,32	— 14,21	— 45,39	— 59,60	— 87,26	HET RIJK

* Charges financières — revenus financiers.

* Financiële lasten — financiële inkomsten.

CHAPITRE II
LES COKERIES

1. — Production

Le tableau 15 donne les productions mensuelles et annuelle de coke en 1975 et à titre de comparaison les productions de quelques années antérieures.

Pour l'ensemble du Royaume, la production de coke a été de 5.727.825 tonnes, soit une diminution de 2.322.586 tonnes par rapport à 1974 (8.050.411). La diminution a été de 28,9 %. Elle traduit la récession dans la sidérurgie.

2. — Prix

Les cokeries, comme les charbonnages, sont tenues de publier les prix de vente de leurs produits, en vertu du traité de Paris instituant la Communauté européenne du Charbon et de l'Acier.

Ces prix barémiques, qui avaient peu varié de 1959 à 1968, n'ont cessé d'augmenter rapidement depuis. Par contre, en 1975, le prix du gros coke métallurgique est passé de 4300 F/t fin 1974 à 3700 F/t fin 1975.

Les cokeries sidérurgiques, productrices de plus de 94 % du tonnage global, ont livré en 1975 près de 98 % de leur coke aux entreprises sidérurgiques dans lesquelles elles sont le plus souvent intégrées.

HOOFDSTUK II
COKESFABRIEKEN

1. — Produktie

In tabel 15 is de cokesproduktie van 1975 p maand en voor heel het jaar aangeduid. Ter vergel king is ook de jaarproduktie van de jongste jaren e vermeld.

Voor heel het Rijk bedroeg de cokesprodukt 5.727.825 ton, d.i. 2.322.586 ton minder dan in 19 (8.050.411 t). Dit is een vermindering van 28,9 % die aan de inzinking in de staalindustrie toe te schr van is.

2. — Prijzen

Juist zoals de kolenmijnen, zijn de cokesfabriek krachtens het Verdrag van Parijs tot oprichting v de Europese Gemeenschap voor Kolen en Staal v plicht hun prijzen openbaar te maken.

Van 1959 tot 1968 zijn deze schaalprijzen ov 't algemeen weinig veranderd, maar nadien zijn voortdurend gestegen. In 1975 daarentegen is de pr van de hoogovencokes gedaald van gemiddeld 4300 F einde 1974 tot 3700 F/t einde 1975.

De cokesfabrieken van staalondernemingen, die me dan 94 % van de totale produktie voortbrengen, he ben in 1975 haast 98 % van hun cokes geleverd a de staalbedrijven waaraan zij meestal verbonden zij

TABLEAU 15 — TABEL 15

PRODUCTION DE COKE — PRODUKTIE VAN COKES

Mois de 1975 Maanden van 1975	Production (t) Produktie (t)
I	612 371
II	542 201
III	598 810
IV	543 573
V	520 820
VI	496 881
VII	357 139
VIII	332 826
IX	432 368
X	426 200
XI	415 329
XII	449 307
Années — Jaren	
1975	5 727 825
1974	8 050 411
1972	7 239 202
1970	7 119 210
1968	7 243 086
1966	6 961 188
1964	7 397 625

CHAPITRE III

LES FABRIQUES D'AGGLOMERES

1. — Production

Les productions mensuelles et annuelle d'aggloméès de houille en 1975 sont inscrites au tableau 16, vec rappel des chiffres de quelques années antérieures.

La production d'agglomérés, étroitement adaptée à demande, est en régression constante depuis 1964. lle a subi en 1975 une nouvelle réduction considérable, teignant près de 36 % par rapport à 1974.

2. — Prix

Le prix des briquettes du type Marine a été relevé e 2800 F/t à 3200 F/t au 1er août 1975.

Quant aux boulets, les prix ont été relevés de 050 F/t à 2600 F/t dans le Hainaut et de 2115 F/t 2665 F/t à Liège.

HOOFDSTUK III

KOLENAGGLOMERATENFABRIEKEN

1. — Produktie

In tabel 16 is de produktie van kolenagglomeraten voor iedere maand van 1975 en voor heel het jaar aangeduid. Ter vergelijking is ook de jaarproduktie van de jongste jaren vermeld.

De produktie van agglomeraten, die nauw aan de vraag aangepast wordt, is sedert 1964 voortdurend verminderd. In 1975 is ze weer zeer sterk gedaald (bijna 36 % minder dan in 1974).

2. — Prijzen

De prijs van de briketten van het type « Marine » is van 2800 F/t opgelopen tot 3200 F/t op 1 augustus 1975.

De prijzen van de eierkolen zijn gestegen van 2050 F/t tot 2600 F/t in Henegouwen en van 2115 F/t tot 2665 F/t in Luik.

TABLEAU 16
PRODUCTION D'AGGLOMERES

TABEL 16
PRODUKTIE VAN KOLENAGGLOMERATEN

Mois de 1975 Maanden van 1975	Production (t) Produktie (t)
I	31 583
II	29 848
III	21 421
IV	25 922
V	21 684
VI	22 621
VII	5 771
VIII	17 131
IX	16 830
X	27 061
XI	26 145
XII	22 683
Années — Jaren	
1975	268 730
1974	416 783
1972	495 979
1970	756 420
1968	820 841
1966	983 744
1964	1 416 875

CHAPITRE IV

LE MARCHE DES COMBUSTIBLES SOLIDES

Les combustibles solides, c'est-à-dire le charbon, les agglomérés de houille et le coke, font également l'objet d'importations soit en provenance des autres pays producteurs de la C.E.C.A., soit en provenance des pays tiers, de même que le lignite.

Par rapport à 1974, les importations de charbon ont diminué fortement (— 34,3 %). Les importations de coke ont également diminué (— 55,7 %).

Les importations d'agglomérés, au contraire, ont augmenté de 52,3 %.

Le tableau 17 met en évidence l'évolution du marché charbonnier belge.

HOOFDSTUK IV

DE MARKT VAN VASTE BRANDSTOFFEN

De vaste brandstoffen, dat zijn steenkolen, kolena glomeraten en cokes, worden ook ingevoerd, hetzij u de overige landen van de E.G.K.S., hetzij uit der landen, net als bruinkolen.

In vergelijking met 1974 is de invoer van kol sterk afgenomen (— 34,3 %). De invoer van cok is ook gedaald (— 55,7 %).

Voor de kolenagglomeraten is de invoer met 52,3 ' gestegen.

De ontwikkeling van de Belgische kolenmarkt in tabel 17 aangeduid.

TABLEAU 17

ASPECT DU MARCHE CHARBONNIER BELGE EN 1974 ET 1975

TABEL 17

OVERZICHT VAN DE BELGISCHE KOLENMARKT IN 1974 EN 1975

1000

	1974			1975			
	Charbon Kolen	Agglomérés Agglomeraten	Cokes (1) Cokes (1)	Charbon Kolen	Agglomérés Agglomeraten	Cokes (1) Cokes (1)	
1. Production	8 111	417	8 050	7 479	269	5 728	1. Produktie
2. Importations	9 486	88	1 354	6 229	134	600	2. Invoer
3. Stocks au 1er janvier							3. Voorraden op 1 januari
— producteurs	189	5	194	244	1	283	— producenten
— importateurs	8	—	—	15	—	1	— importeurs
4. Soldes des échanges	+ 58	—	+ 93	— 11	—	—	4. Saldo van de uitw
5. Disponibilités	17 852	510	9 691	13 956	404	6 612	5. Beschikbaar
6. Consomm. propre des prod. et fournitures au personnel	1 006	156	14	701	134	16	6. Door de producent zelf verbruikt en g leverd aan het pe
7. Fournit. à l'intérieur	16 137	328	8 913	12 027	251	6 151	7. Leveringen in Bel
8. Exportations							8. Uitvoer
— produits belges	384	25	464	343	14	320	— Belgische prod.
— produits importés	66	—	16	55	—	9	— ingevoerde pro
9. Stocks au 31 déc.							9. Voorraden op 31 d
— producteurs	244	1	283	806	5	116	— producenten
— importateurs	15	—	1	24	—	—	— importeurs

(1) Cette rubrique comprend le coke de four, le coke de gaz et le semi-coke de houille.

(1) Deze rubriek omvat ovencokes, gascokes en kolenha cokes.

Le tableau 18 donne le détail des fournitures aux différents secteurs de consommation du marché intérieur. Le tableau mentionne aussi les livraisons toutes marginales, de briquettes de lignite importées.

In tabel 18 zijn de leveringen aan de verschillen verbruikssektoren van de Belgische markt aangedu Ook de geringe leveringen van ingevoerde bruinko briketten zijn in deze tabel vermeld.

TABLEAU 18 — TABEL 18

FOURNITURES AU MARCHE INTERIEUR — LEVERINGEN OP DE BINNENLANDSE MARKT

75 — 1000 t

Secteurs de consommation	Charbon / Kolen	Agglomérés / Agglomeraten	Cokes / Cokes	Lignites / Bruinkool	Verbruikssektoren
keries	7 401	—	—	—	Cokesfabrieken
briques d'agglomérés	238	—	—	—	Agglomeratenfabrieken
ntrales électriques	2 188	—	1	—	Elektrische centrales
ansports	10	—	1	—	Vervoer
lérurgie	151	1	5 820	—	IJzer- en staalnijverheid
lustries diverses	147	3	273	—	Diverse nijverheidstakken
yers domest. et artisanat	1 892	247	56	23	Huisbrand en kleinbedrijf
tal	12 027	251	6 151	23	**Totaal**

Par rapport à l'année 1974, le marché intérieur belge diminué ses achats de charbon de 4.110.000 tonnes. Dans ce total interviennent :

les cokeries pour	— 3 066	
les centrales électriques pour	— 131	
le secteur domestique et artisanal pour	— 679	
et la sidérurgie pour . . .	— 44	
les industries diverses pour	— 79	
les fabriques d'agglomérés pour	— 108	

Les tableaux 19, 20, 21 et 22 donnent respective-nt les détails des importations et des exportations ges par pays d'origine et de destination. Les ren-gnements figurant dans ces tableaux ont été établis moyen des données fournies par les producteurs et les importateurs belges.

Le tableau 19 a été établi suivant une répartition r groupe pratiquée par l'Office Statistique des Com-nautés Européennes.

Le tableau 21 a été établi suivant une répartition r catégorie fixée par l'arrêté royal du 1 août 1966.

Les chiffres officiels de l'Union économique belgo-xembourgeoise, établis par l'administration des doua-s, seront donnés dans la statistiques définitive.

La comparaison du commerce extérieur des charbons 1975 avec celui de 1974 met en lumière :

la diminution des importations (— 3.256.952 t, soit — 34,3 %).

Ce mouvement affecte les importations communautaires et les importations en provenance de pays tiers dans les proportions respectives de — 25,9 % et — 44,4 %. Les importations d'autres combustibles solides (agglomérés, cokes, briquettes de lignite) ont subi des baisses de l'ordre de 49 %.

une diminution des exportations de charbons (— 41.000 t, soit 10,7 %).

Les exportations de coke ont diminué de 144.000 t par rapport à 1974 ainsi que les exportations d'agglomérés qui ont diminué de 11.437 t.

In vergelijking met 1974 heeft de Belgische markt 4.110.000 ton kolen minder gekocht.

Dit cijfer wordt als volgt onder de verschillende sektoren verdeeld :

— 29,3 %	Cokesfabrieken
— 5,6 %	Elektrische centrales
— 26,4 %	Huisbrand en kleinbedrijf
— 22,6 %	IJzer- en staalnijverheid
— 34,9 %	Diverse nijverheidstakken
— 31,2 %	Agglomeratenfabrieken

In de tabellen 19, 20, 21 en 22 zijn de in België ingevoerde en de uitgevoerde hoeveelheden ingedeeld naar het land van herkomst of van bestemming. Deze inlichtingen steunen op de aangiften van de producenten en de Belgische importeurs.

In tabel 19 zijn de steenkolen in groepen ingedeeld die overeenstemmen met de indeling die door het Bureau voor Statistieken van de Europese Gemeenschappen wordt toegepast.

In tabel 21 zijn de steenkolen ingedeeld in kategorieën volgens het koninklijk besluit van 1 augustus 1966.

De officiële cijfers van de Belgisch-Luxemburgse Economische Unie, door het Tolbestuur opgemaakt, zullen in de definitieve statistiek gepubliceerd worden.

Als wij de buitenlandse handel in kolen van 1975 met die van 1974 vergelijken zien wij :

— dat de invoer afgenomen is (— 3.256.952 ton of 34,3 %).

De invoer uit E.G.K.S.-landen is met 25,9 % afgenomen en die uit derde landen met 44,4 %. De invoer van andere vaste brandstoffen (agglomeraten, cokes, bruinkoolbriketten) is gedaald met nagenoeg 49 %.

— dat de uitvoer van kolen gedaald is (— 41.000 ton of 10,7 %).

De uitvoer van cokes is met 144.000 t gedaald sinds 1974, die van de agglomeraten is met 11.437 t verminderd.

TABLEAU 19

IMPORTATIONS BELGES DE CHARBONS

TABEL 19

INVOER VAN STEENKOLEN IN BELGIE

1975 t

Origines	Groupe I / Groep I	Groupe II / Groep II	Groupe III / Groep III	Groupe IV / Groep IV	Groupe V / Groep V	Groupe VI / Groep VI	Groupe VII / Groep VII	**Total / Totaal**	Herkomst
Allemagne Occidentale	956 099	68 757	453 654	112 215	1 605 873	176 301	—	3 372 899	West-Duitsland
France	96 015	—	1 602	—	—	—	—	97 617	Frankrijk
Pays-Bas	1 112	2 202	—	—	—	—	—	3 314	Nederland
Royaume-Uni	336 896	25	—	—	10 860	2 693	—	350 474	Verenigd-Koninkrijk
Pays de la C.E.C.A.	**1 390 122**	**70 984**	**455 256**	**112 215**	**1 616 733**	**178 994**	—	**3 824 304**	**E.G.K.S.-landen**
U.S.A.	—	—	—	—	519 998	20 654	—	540 652	U.S.A.
U.R.S.S.	234 716	—	—	—	—	—		234 716	U.S.S.R.
Pologne	—	—	—	—	863 348	261 115	—	1 124 463	Polen
Espagne	13 680	—	—	—	—	—	—	13 680	Spanje
Tchécoslovaquie	—	—	—	34 038	39 735	9 117	—	82 890	Tsjechoslowakije
Afrique du Sud	128	190 984	—	—	39 043	—	—	230 155	Zuid-Afrika
Australie	—	—	—	—	137 399	—	—	137 399	Australië
Colombie	940	—	—	—	—	—	—	940	Colombia
Nord-Vietnam	39 486	—	—	—	—	—	—	39 486	Noord-Vietnam
Pays tiers	**288 950**	**190 984**	—	**34 038**	**1 599 523**	**290 886**	—	**2 404 381**	**Derde landen**
Ensemble 1975	**1 679 072**	**261 968**	**455 256**	**146 253**	**3 216 256**	**469 880**	—	**6 228 685**	**Samen 1975**
1974	2 385 441	274 220	463 673	156 610	5 795 954	409 739	—	9 485 637	1974
1973	1 611 862	352 923	280 199	124 359	4 701 270	108 736	—	7 179 349	1973
1972	1 585 573	459 301	333 592	334 452	3 467 418	23 793	—	6 204 129	1972
Mouvement des stocks chez les importateurs	**+ 5 586**	—	—	—	**— 3 752**	—	—	**+ 9 338**	**Beweging van de voorraden bij de invoerders**
Ecoulement									**Afzet**
1. Marché intérieur	1 618 382	261 968	455 256	146 253	3 212 504	469 880	—	6 164 243	1. Binnenlandse markt
2. Réexportation	55 104	—	—	—	—	—	—	55 104	2. Wederuitvoer

TABLEAU 20

IMPORTATIONS BELGES DE COKES, D'AGGLOMERES ET DE LIGNITE

TABEL 20

INVOER VAN COKES, AGGLOMERATEN EN BRUINKOLEN IN BELGIE

1975

t

Origines	Agglomérés de houille / Steenkolenagglomeraten			Coke de four et semi-coke de houille / Ovencokes en steenkolenhalfcokes			Coke de gaz / Gascokes	Briquettes de lignite / Bruinkoolbriketten	Herkomst
	Boulets / Eierkolen	Boulets défumés / Rookloze eierkolen	**Total / Totaal**	Coke métallurgique et de fonderie / Metaal- en gietcokes	Autres cokes / Andere cokes	**Total / Totaal**			
Allemagne Occidentale	87 645	34 989	122 634	140 762	33 804	174 566	—	22 420	West-Duitsland
France	5 548	5 770	11 318	113 610	66 545	180 155	—	—	Frankrijk
Pays-Bas	—	—	—	113 024	64 745	177 769	—	—	Nederland
Royaume-Uni	—	—	—	5 269	57 990	63 259	—	—	Verenigd-Koninkrijk
Pays de la C.E.C.A.	**93 193**	**40 759**	**133 952**	**372 665**	**223 084**	**595 749**	—	**22 420**	**E.G.K.S.-Landen**
U.S.A.	—	—	—	—	3 183	3 183	—	—	U.S.A.
Allemagne Orientale	—	—	—	—	—	—	—	524	Oost-Duitsland
Suisse	—	—	—	—	1 569	1 569	—	—	Zwitserland
Pays tiers	—	—	—	—	**4 752**	**4 752**	—	**524**	**Derde landen**
Ensemble 1975	**93 193**	**40 759**	**133 952**	**372 665**	**227 836**	**600 501**	—	**22 944**	**Samen 1975**
1974	26 885	60 663	87 548	570 982	780 407	1 351 389	2 120	33 957	1974
1973	29 045	133 048	162 093	478 856	631 375	1 110 231	1 193	28 553	1973
1972	44 775	135 414	180 189	165 665	693 498	859 163	5 094	30 267	1972
Mouvement des stocks chez les importateurs	**+ 41**	—	**+ 41**	—	**— 644**	**— 644**	—	—	**Beweging van de voorraden bij de invoerders**
Ecoulement									**Afzet**
1. Marché intérieur	93 207	40 759	133 966	372 516	219 570	592 086	—	22 944	1. Binnenlandse markt
2. Réexportation	27	—	27	149	8 910	9 059	—	—	2. Wederuitvoer

TABEL 21

EXPORTATIONS BELGES DE CHARBONS

TABEL 21

UITVOER VAN STEENKOLEN UIT BELGIE

1975 t

Destinations	CHARBONS BELGES — BELGISCHE KOLEN							Houille importée / Ingevoerde kolen	**Total** / **Totaal**	Bestemming
	Anthracite / Antraciet	Anthracite B et maigres / Antraciet B en magerkool	½ gras / ½ vetkool	¾ gras / ¾ vetkool	Gras A / Vetkool A	Gras B / Vetkool B	**Total** / **Totaal**			
Allemagne Occidentale	—	—	—	—	854	223 820	224 674	8 327	233 001	West-Duitsland
France	8 913	16 321	—	—	1 939	28 719	55 892	18 788	74 680	Frankrijk
Luxembourg	1 366	—	—	—	25	—	1 391	24 749	26 140	Luxemburg
Pays-Bas	8 632	—	—	—	21 760	21 419	51 811	3 207	55 018	Nederland
Royaume-Uni	—	—	—	—	—	2	2	33	35	Verenigd-Koninkrijk
Pays de la C.E.C.A.	**18 911**	**16 321**	—	—	**24 578**	**273 960**	**333 770**	**55 104**	**388 874**	**E.G.K.S.-landen**
Espagne	—	—	—	—	—	8 278	8 278	—	8 278	Spanje
Portugal	—	—	—	—	—	1 036	1 036	—	1 036	Portugal
Divers	55	—	—	—	—	215	270	—	270	Diverse landen
Pays tiers	55	—	—	—	—	**9 529**	**9 584**	—	**9 584**	**Derde landen**
Ensemble 1975	**18 966**	**16 321**	—	—	**24 578**	**283 489**	**343 354**	**55 104**	**398 458**	**Samen 1975**
1974	28 962	34 960	—	—	22 979	297 189	384 090	65 767	449 857	1974
1973	49 484	16 317	—	—	7	283 483	349 291	9 469	358 760	1973
1972	48 524	4 688	—	—	—	318 367	371 579	37 317	408 896	1972

TABLEAU 22

EXPORTATIONS BELGES DE COKES ET AGGLOMERES

TABEL 22

UITVOER VAN COKES EN AGGLOMERATEN UIT BELGIE

1975 t

Destination	Agglomérés de houille / Steenkolenagglomeraten			Coke de four et semi-coke de houille / Ovencokes en steenkolenhalfcokes					Bestemming
				Coke de four belge / Belgische ovencokes			Coke de four et semi-cokes de houille importés / Ingevoerde ovencokes en steenkolenhalfcokes	Total / Totaal	
	Briquettes / Briketten	Boulets / Eierkolen	Total / Totaal	Coke métallurgique et de fonderie / Metaal- en gietcokes	Autres cokes / Andere cokes	Total / Totaal			
Allemagne occidentale	—	—	—	14 884	31 927	46 811	—	46 811	West-Duitsland
France	1 063	8 478	9 541	73 925	13 948	87 873	—	87 873	Frankrijk
Luxembourg	25	—	25	74 140	6 757	80 897	—	80 897	Luxemburg
Pays-Bas	21	27	48	34 077	8 108	42 185	5 099	47 284	Nederland
Pays de la C.E.C.A.	**1 109**	**8 505**	**9 614**	**197 026**	**60 740**	**257 766**	**5 099**	**262 865**	**E.G.K.S. landen**
Autriche	—	—	—	—	1 092	1 092	—	1 092	Oostenrijk
Espagne	—	—	—	15 403	3 056	18 459	3 811	22 270	Spanje
Finlande	—	—	—	7 714	—	7 714	—	7 714	Finland
Norvège	—	—	—	—	809	809	—	809	Noorwegen
Roumanie	—	—	—	2 000	—	2 000	—	2 000	Roumenië
Suède	—	—	—	14 301	—	14 301	—	14 301	Zweden
Suisse	1 575	—	1 575	—	2 416	2 416	—	2 416	Zwitserland
Turquie	—	—	—	—	6 497	6 497	—	6 497	Turkije
Divers	2 586	—	2 586	8 932	408	9 340	149	9 489	Diverse landen
Pays tiers	**4 161**	—	**4 161**	**48 350**	**14 278**	**62 628**	**3 960**	**66 588**	**Derde landen**
Ensemble 1975	**5 270**	**8 505**	**13 775**	**245 376**	**75 018**	**320 394**	**9 059**	**329 453**	**Samen 1975**
1974	5 003	20 209	25 212	384 834	115 626	464 460	15 911	480 371	1974
1973	4 038	46 946	50 984	290 740	178 406	469 146	14 404	483 550	1973
1972	2 428	50 500	42 928	241 910	133 231	375 141	—	375 141	1972

Sélection des fiches d'INIEX

INIEX publie régulièrement des fiches de documentation classées, relatives à l'industrie charbonnière et qui sont adressées notamment aux charbonnages belges. Une sélection de ces fiches paraît dans chaque livraison des Annales des Mines de Belgique.

Cette double parution répond à deux objectifs distincts :

a) *Constituer une documentation de fiches classées par objet,* à consulter uniquement lors d'une recherche déterminée. Il importe que les fiches proprement dites ne circulent pas ; elles risqueraient de s'égarer, de se souiller et de n'être plus disponibles en cas de besoin. Il convient de les conserver dans un meuble ad hoc et de ne pas les diffuser.

b) *Apporter régulièrement des informations groupées par objet,* donnant des vues sur toutes les nouveautés.

C'est à cet objectif que répond la sélection publiée dans chaque livraison.

A. GEOLOGIE — GISEMENTS PROSPECTION — SONDAGES

IND. **A 520** Fiche n. **64.255**

H. GLOTH et K. WAZLAWIK. Entwicklung und Erprobung einer Flachbohranlage für die Baugrunderkundung. *Développement et essai d'une installation de forage à faible profondeur pour la reconnaissance de terrains à bâtir.* — **Neue Bergbautechnik,** 1975, décembre, p. 915/919, 3 fig.

Le programme d'essai de la nouvelle installation commença après l'achèvement du premier prototype en juin 1972. Le cahier de charges comporte entre autres : l'emploi de procédés de forage par rotation avec limaçon creux, plein, à tube carottier, cuiller ou spirale — procédés par sondages au câble avec soupapes et pompe à sables ou enfoncement de douilles — montage et démontage de la tuyauterie — il faut que l'installation soit mobile et rapidement déplaçable. L'article donne les caractéristiques et décrit l'installation FBA 25 : par exemple, son train de roulement et le châssis, les moteurs et la partie hydraulique, la rampe de guidage, le support de la tête.. Les différentes technologies de forage sont mentionnées, ainsi que les résultats obtenus jusqu'à présent dans les essais. L'auteur dénonce le manque de qualité des outils de forage pour pouvoir prouver par des essais un plus haut rendement de l'installation

B. ACCES AU GISEMENT METHODES D'EXPLOITATION

IND **B. B 31** N **64.237**

M. BOURQUIN. Le franchissement de la zone du Mésozoïque par le tunnel routier du Saint-Gothard — **Tunnels et Ouvrages Souterrains,** 1975, septembre-octobre, p. 173/185, 9 fig., 12 photos

Généralités sur le tunnel routier du Saint-Gothard choix du tracé, géologie. Description des travaux du franchissement du Mésozoïque par la galerie de sécurité parallèle au tunnel et distante de 30 m de celui-ci : choix du profil, organisation générale des travaux, difficultés sur 300 m dues aux schistes ar-

gilo-calcaires fortement broyés, avancement de 280 m en 18 mois, il a fallu recourir au blindage du front d'attaque, excavation sous tôle de protection... Description des travaux pour le tunnel routier : choix du procédé, du profil type (dimensionnement, coût), galeries latérales, bétonnage des piédroits, excavation de la calotte, mise en place du soutènement, bétonnage du pré-revêtement, abattage du merlon central et démontage du soutènement des galeries centrales, excavation de la contre-voûte et bétonnage, caniveaux, travaux d'étanchéité, bétonnage de l'anneau intérieur du revêtement. Conclusions.

IND. **B 4111** Fiche n. **64.259**

T. WATSON. Thin seam mining and dust suppression. *Exploitation en couche mince et suppression des poussières.* — **Colliery Guardian,** 1975, decembre, p 501/508, 14 fig.

Monographie sur la mine de charbon de Langwith, exploitant une couche mince de moins de 0,80 m d'ouverture, située à 210 m de profondeur. Taille chassante à abattage mécanisé et soutènement marchant, d'une longueur de 280 m avec voies en avance sur la taille. Equipement de la taille. La 2e partie traite surtout du problème de la suppression des poussières. Pulvérisation d'eau sur le matériel d'abattage et convoyeur blindé, filtration de l'air venant de la ventilation forcée des voies de taille.

IND. **B 425** Fiche n. **64.269**

J.P. JOSIEN ET M. LEONTIDIS. Comportement des tailles montantes en semi-dressants. Influence des paramètres du chantier. — **Industrie Minérale. Mines,** 1975, n° 5, p. 459/464, 7 fig.

La mécanisation dans les chantiers, exploités par taille montante et remblai hydraulique dans les semi-dressants, se heurte à de grandes difficultés par suite de chutes du front de taille. Etude du mécanisme de la dégradation du toit. Rôle important joué par la largeur ouverte de la taille (qui peut dépasser 12 m) et par les discontinuités de portance des différents soutènements : piles, bois, remblai. Pour le soutènement marchant, il s'est avéré néfaste d'augmenter la charge de pose et d'augmenter l'écart entre charge de pose et de coulissement, car la portance moyenne au cours du cycle est de l'ordre de celle de pose. L'augmentation de la surface de contact au mur est bénéfique. La discontinuité de portance entre le soutènement marchant et le soutènement bois est atténuée en supprimant la pointe au mur de ce dernier et en posant les bois au niveau des étançons arrière. Le remblai d'assez grande granulométrie, posé plus près du soutènement, réduit la fracturation du toit et la convergence des épontes au-dessus des piles.

IND. **B 44** Fiche n. **64.268**

M. LE FUR et M. ROUSSEL. Exploitation descendante sous remblai hydraulique cimenté. — **Industrie Minérale. Mines,** 1975, n° 5, p. 446/458, 14 fig., 4 tabl.

Les gisements uranifères souterrains exploités par le C.E.A. sont du type filonien et à faible teneur (0,2 à 0,4 %). Les méthodes d'exploitation chambres magasins (en 1950) et exploitation par tranche montante remblayée hydrauliquement (1960) interdisaient la mécanisation des chantiers rendus trop exigus par le boisage. Pour permettre celle-ci, il fallait soit pratiquer le boulonnage, soit consolider la couronne avec du ciment. Mise au point, par la division de Forez, de l'exploitation par tranches horizontales descendantes avec remblai hydraulique cimenté permettant la mécanisation. On obtient un bon remblai en prenant quelques précautions concernant la finesse du sable et l'homogénéité du mélange qui est nettement amélioré par l'adjonction d'un floculant. Description du chantier mécanisé du B.N.G. Les résultats obtenus montrent une amélioration des rendements. Perspectives pour 1975.

IND. **B 510** Fiche n. **64.25**

W. SCHULZ et K. PFEIFFER. Praktische Beispiele für die Anwendung der Wahrscheinlichkeitsrechnung zur Lösung von Tagebauproblemen. *Exemples pratiques pour l'utilisation du calcul statistique pour résoudre des problèmes d'exploitation de surface.* — **Neue Bergbautechnik,** 1975, décembre, p 903/906, 1 fig

L'article propose de résoudre 2 problèmes par la méthode du calcul statistique. *Enoncé* : 1. Pour la mise au terril, on utilise 4 excavateurs avec des capacités horaires différentes : a) 1060 m³/h, b) 79 m³/h, c) 560 m³/h, d) 720 m³/h. La capacité du déversoir est de 500 m³/h. Il faut déverser environ 607.103 m³. On espère exécuter le déblaiement en 12 à 14 mois. En tenant compte des capacités horaires, quelle est la durée de mise en service de l'installation afin de stocker avec sécurité les masses ébouleuses ? Peut-on faire travailler le déversoir en hiver ? Ce genre de question ne peut se solutionner d'une manière satisfaisante que par le calcul statistique. On connaît les temps réels de fonctionnement des excavateurs, la durée possible de fonctionnement du déversoir, la quantité d'éboulis par endroit d'excavation. 2. Le second exemple traite du pro

lème d'une installation de cabine centrale d'aiguillage. On désire optimaliser l'ordre de laisser passer les convois, de façon à évacuer le plus possible de charbon et du tout-venant. Il faut tenir compte des différentes capacités de production des tailles et on est limité par l'encombrement aux nœuds du réseau ferroviaire.

IND. **B 511** Fiche n. **64.313**

R.M. HOLDAWAY. An analysis of borehole blast energy distribution in open pit blasting. *Une analyse de la distribution de l'énergie explosive des trous de forage dans le minage à ciel ouvert.* — **Pit and Quarry,** 1975, avril, p. 87/88, 1 fig.

La distance optimale entre les trous de forage dépend de nombreux facteurs tels que homogénéité, élasticité, masse, fracturation, joint, porosité, etc... de la roche. Au point de vue coût, il est plus avantageux de forer des trous de grands diamètres, mais ceux-ci ne sont pas favorables à une bonne distribution de l'énergie explosive. Pour maintenir une fragmentation homogène, il serait intéressant d'utiliser un explosif plus puissant au fond du trou qu'au sommet, par exemple avec des slurries au fond et de l'ANFO à la partie supérieure. La distance entre trous d'une même rangée devrait être 1,155 fois la distance entre 2 rangées successives, de manière à former des triangles équilatéraux. Schéma montrant la répartition de la charge explosive dans les trous de forage.

IND. **B 512** Fiche n. **64.251**

R. HENSCHEL. Die Starkstrom- und Steuerungsanlagen der 60 m Abraumförderbrücke. *Installation du courant de force motrice et des commandes du pont-convoyeur d'évacuation de 60 m.* — **Neue Bergbautechnik,** 1975, décembre, p. 899/902, 7 fig.

Les documents et les plans de l'installation électrotechnique du pont-convoyeur et des excavateurs furent terminés en 1970/71, tandis que l'exécution pratique le fut en 1971/72. La consommation de l'ensemble est de l'ordre de 30 MW. Puisque le complexe est mobile et que le câble d'alimentation doit s'enrouler sur un tambour, on ne peut utiliser du 110 kV, mais seulement du 30 kV. Les 600 à 700 A nécessaires sont répartis en 3 arrivées sur des conducteurs de 120 mm² et refroidis par ventilateurs. 4 transformateurs de 10 MVA, 30/6 kV ainsi que la sous-station sont montés sur voiture qui se déplace parallèlement à l'excavateur. Des circuits de secours sont prévus pour un fonctionnement au ralenti ainsi qu'un éclairage de secours. Détails de la commande, de la sécurité et du graissage du train de roulement, de l'entraînement des convoyeurs, etc... Centralisation des commandes et du contrôle. En attendant l'automatisation complète par ordinateur, une automatisation partielle a été réalisée : programme de positionnement angulaire, réglage automatique du wagon en dos d'âne, installation de détermination de capacité, réglage de la partie pivotante, enregistrement des données. Notes sur le développement ultérieur.

Biblio. : 8 réf.

IND. **B 512** Fiche n. **64.250**

H. BUGE et F. HEINECKE. Die maschinentechnische Ausrüstung des Eimerkettenschwenkbaggers ES 31 50. *L'équipement mécanique de l'excavateur amovible à chaîne à godets ES 31 50.* — **Neue Bergbautechnik,** 1975, décembre, p. 894/898, 1 fig.

Prévu pour être mis en service en combinaison avec le pont-convoyeur d'évacuation à longue portée, à l'exploitation de surface de Welzow-Süd, l'excavateur amovible à chaîne à godets ES 31 50 fut construit et monté dans les années de 1961 à 1967. Ce n'est qu'en 1972, avec la venue du pont transporteur, que l'on a pu travailler à pleine capacité ; 8000 m³/h pour un écart de 900 mm et une vitesse de la chaîne de 1,61 m/s. L'article donne les caractéristiques principales du ES 31 50. Description de la construction du treillis métallique, du train de roulement, du dispositif de pivotement, des parties de creusement, de l'entraînement de la chaîne à godets et du transport des matières dans l'excavateur. Prévisions pour augmenter la capacité des installations de Welzow et de Nochten et projet d'un excavateur ES 37 50 plus puissant.

IND. **B 512** Fiche n. **64.249**

V. SCHRADER. Entwicklung, Aufbau und Funktion einer Abraumförderbrücke mit 60 m Abtraghöhe *Développement, construction et utilisation d'un pont transporteur pour déblaiement d'une portée de 60 m* — **Neue Bergbautechnik,** 1975, décembre, p 889/894, 7 fig.

Avec les expériences déjà accumulées grâce aux petites unités de ponts transporteurs, et à partir des exigences des industries charbonnières, on a pu projeter, construire et mettre en service, le 15 mai 1973, une installation de pont convoyeur d'une portée de 60 m. Cet ensemble comprend 2 excavateurs à chaîne à godets (ES 3150) d'une puissance totale de 17.600 m³/h d'évacuation. Détails sur l'acier employé et précautions à prendre en soudure

Description des trains de roulement, de l'installation des convoyeurs et de la disposition des appareils de levage (grues, monte-charge, ascenseur). Perspectives d'avenir qui dépendent de l'évolution des excavateurs à chaîne à godets. En adaptant la puissance d'évacuation du convoyeur principal et des convoyeurs annexes du stockage aux puissances de 3 ES 3750, l'évacuation pourra s'élever à 36.000 m³/h. Ce qui exige cependant un élargissement des bandes transporteuses de 2,75 m et un entraînement à 2 tambours de 2 × 1800 kW + 2 × 1500 kW de puissance pour une vitesse de 8,8 m/s.

C. ABATTAGE ET CHARGEMENT

IND **C 21** Fiche n **64.315**

X. Blasting study aids good neighbor policy. *L'étude du minage facilite les relations de bon voisinage.* — **Rock Products,** 1975, juillet, p. 100/102, 3 fig.

Etude d'un nouveau système de minage à la carrière de dolomie de Hillside, produisant 1,25 Mio t/an et située dans les faubourgs de Chicago. Les tirs ne pouvaient avoir lieu que 2 fois par jour, et le nombre de trous était limité à 8 et la charge à 75 kg de poudre. Malgré ces précautions, des plaintes furent enregistrées. Ces limitations rendaient difficile une productivité élevée. Après une étude des vibrations et l'examen du travail des explosifs lors du minage, sur des films pris au ralenti, un nouveau système de minage améliorant la puissance des tirs fut mis au point. Tir de 19 trous en employant 38 relais (2 relais par trou de mine). Le délai entre la 1e et la dernière mine est de 3,5 s

IND **C 242** Fiche n. **64.305**

X. Sequential blasting machine solves shooting problems *Exploseur séquentiel pour résoudre les problèmes de tir de mines* — **Pit and Quarry,** 1975, mars, p 82/86, 9 fig.

Mise au point d'un schéma de tir avec emploi de détonateurs à microretard pour l'exploitation d'une carrière de calcaire, à proximité d'habitations et d'une route principale. L'exploseur produit automatiquement des impulsions d'énergie différées capables de faire détoner des centaines d'amorces. Ce modèle BM-75 a 10 circuits de mise à feu se déclenchant les uns après les autres à des intervalles présélectionnés de 10 à 200 ms. Exemple d'application à un tir de 54 mines, dans des trous de 3,5 pouces de diamètre et 23 pieds de profondeur et chargés de 30 kg de poudre par trou. Bonne fragmentation et vibrations, dues au tir, peu élevées.

IND. **C 4215** Fiche n. **64.24**

Charbonnages de France. Etude et mise au point d halage d'une haveuse monoranging par main pinçantes aux Houillères des Cévennes. — **Charbonnages de France. Publications Techni ques,** 1975, n° 6. **Charbonnages de France. Not Technique,** 1975, n° 3, 12 p., 15 fig.

Suite aux inconvénients du déplacement de la ha veuse par chaîne, le Cerchar et les Houillères de Cévennes ont mis au point un dispositif hydrauliqu prenant appui sur le convoyeur blindé, connu sou le nom de « mains pinçantes ». Principe du fonc tionnement : déplacement alternatif des main pinçantes, une est libre tandis que l'autre est blo quée ; la pression hydraulique est fournie par un centrale hydraulique placée sur le châssis de la ha veuse. Description de l'installation actuelle : ha veuse, guidage, schéma hydraulique. Résultats de essais au siège de Destival dans une couche de 5 n de puissance moyenne : vitesse de déplacement de m/min, maximum 6 m/min — sécurité, climat e rendement améliorés — progression régulière de l haveuse, ce qui a donné une meilleure utilisation de outils de coupe et une fatigue moindre des organes d la machine.

IND **C 4215** Fiche n. **64.27**

V. LANGLOTZ. Untersuchungen über das Zerspar nen von Salzgestein. *Etudes sur la fragmentation d roches salifères.* — **Glückauf Forschungshefte** 1975, décembre, p. 240/245, 12 fig.

Recherche expérimentale de la forme et de la puis sance des têtes de coupe pour la fragmentation d roche salifère en fonction de différents paramètre tels que : vitesse de coupe, profondeur de passe largeur de pic, la surface devant être dégagée. Comportement de la roche salifère à la fracturation L'influence des angles de dépouille sur les efforts d coupe. Les résultats quantitatifs des mesures d puissance de coupe sont utilisés pour calculer l couple, la puissance de coupe de la tête ainsi qu d'autres caractéristiques pour 2 types de tête d coupe (tambour et broche). D'après la courbe d puissance en fonction de la profondeur de passe, le 2 formes de tête ont une puissance spécifique asse semblable. Le tambour utilise cependant une puis sance d'avance plus faible que la broche

Biblio 2 réf

IND **C 4231** Fiche n **64.27**

X. Exploitation de la taille Gamma 25 par havag intégral, soutènement individuel et remblayag

pneumatique avec conduite noyée au siège de Folschviller. — **Industrie Minérale. Mines,** 1975. n° 5, p. 487/495, 7 fig., 4 tabl.

Retour à la méthode traditionnelle moins mécanisée mais apparaissant plus sûre et plus souple pour l'exploitation de la veine Gamma de 2,40 m et 2,64 m de puissance et d'ouverture. L'adaptation d'un certain nombre de techniques mises au point au cours de l'exploitation par soutènement marchant et remblayage latéral avec creusement des voies par la haveuse, ainsi que certaines innovations dans le domaine de l'organisation des travaux de boisage et de remblayage ont permis d'obtenir des résultats remarquables avec du personnel « vieilli » et qui avait perdu l'habitude des efforts physiques que représente l'utilisation en veine puissante du soutènement individuel (étançons de 94 kg). Exploitation par taille rabattante sur ses 2 voies boulonnées intégralement. Le pendage moyen est de 17,5°. Matériel utilisé : haveuse double ranging Anderson, convoyeur blindé à double chaîne centrale, étançons à friction Gerlach de 3,15 m à 3,55 m, remblayeuse KZ 250. Régime grisouteux. Dégazage. Principes d'organisation et modes opératoires. Résultats d'ensemble.

IND. **C 44** Fiche n. **64.298**

X. U.K. tunnelling machine. *Machine de creusement de galeries au rocher U.K.* — **Colliery Guardian,** 1976, janvier, p. 34/35, 1 fig.

Le tunnelier « Titan », de Thyssen-Paurat, est mis au point par la société allemande Paurat GmbH avec la collaboration de la Ruhrkohle. Ce tunnelier à bras, pour les mines de charbon, de potasse et autres mines, permet un avancement rapide même dans les terrains durs. Cette machine, restant dans le centre de la voie et dans cette position, peut travailler toute la section de la galerie : hauteur maximum 4,85 m, largeur maximum 6,80 m, et peut aussi couper 0,15 m sous le niveau de la voie. Caractéristiques : vérins hydrauliques permettant au bras de tourner à 90° — poussée axiale de 25 t et poussée latérale de 10 t, dans n'importe quelle direction — tête de coupe refroidie à l'eau — pics montés en spirale — puissance disponible à la tête de coupe : 65 kW à faible vitesse (0,65 m/s) et 200 kW à grande vitesse (2 m/s) — contrôle centralisé — contrôle à distance possible — ventilation et suppression des poussières. Données techniques : dimensions — puissance des moteurs de la tête de coupe et des moteurs de translation, du système hydraulique.

D. PRESSIONS ET MOUVEMENTS DE TERRAINS — SOUTENEMENT

IND. **D 47** Fiche n **64.271**

X. Exploitation de la veine 1 par havage intégral, soutènement marchant et foudroyage au siège de La Houve. — **Industrie Minérale. Mines,** 1975, n° 5 p. 475/485, 4 fig., 1 tabl.

Améliorations apportées dans le matériel et l'organisation de la taille NE 1 où les conditions d'exploitation s'étaient dégradées au début de 1973. Généralisation du soutènement marchant à piles Gullick à 4 étançons, améliorations apportées. Remplacement de la haveuse Anderson Boyes par une haveuse à double tambour fixe, 4 m/min en veine difficile Acquisition de surpresseurs pour refroidissement de la machine et abattage des poussières. Remplacement du blindé par un plus résistant. Déblocage hors taille par un blindé déplaçable 1 fois par semaine Interposition d'un grillage entre toit et piles. En conclusion, le soutènement marchant associé avec un abattage et un déblocage puissants a apporté un gain de 36 à 51 % par rapport à des panneaux exploités avec Double Ranging Anderson et soutènement hydraulique à étançons individuels

IND. **D 54** Fiche n **64.297**

E. ARIOGLU et R.K. DUNHAM. Physical properties of anhydrite/accelerator mixtures for use as a gateside packing medium. *Propriétés physiques des mélanges anhydrite/accélérateur pour le remblayage le long des voies.* — **Colliery Guardian,** 1976, janvier, p. 31/33, 3 fig., 4 tabl

Etudes en laboratoire (Université de Newcastle) des propriétés physiques du mélange anhydrite/accélérateur. La force de compression est la caractéristique physique la plus importante et dépend des variables suivantes : proportion d'eau et anhydrite, l'influence du temps sur le développement de la résistance du mélange d'anhydrite avec différentes valeurs pour le rapport eau/anhydrite, la quantité d'accélérateur, l'influence de la température et de la dimension des grains d'anhydrite. Préparation des échantillons. Résultats et observations

Biblio. : 7 réf.

IND. **D 59** Fiche n **64.274**

H.D. BAUER. Gesichtspunkte für die Bekämpfung und Bewertung von Anhydritstäuben beim Herstellen von Streckenbegleitdämmen. *Points de vue pour combattre et utiliser les poussières d'anhydrite à la*

construction d'épis de remblai dans les voies de chantiers. — **Der Kompass,** 1975, décembre, p. 410/416, 5 fig.

On construit de plus en plus de barrages dans les voies de chantiers à partir d'anhydrite. Du point de vue de la silicose, cette substance est inerte, car elle ne contient pas de quartz. De toute façon, il faut maintenir une concentration en poussières fines aussi faible que possible. Avant de commencer le soufflage dans la région de l'épi, il faut humidifier les endroits où l'on souffle. Les recherches de l'Institut pour la Silicose ont amené à conseiller une quantité de 100 litres/t de liquide à mélanger à l'anhydrite. Pour obtenir un bon mélange, il faut disposer, choisir des injecteurs adéquats et une longueur suffisante de zones de mélanges. Le transport de l'anhydrite doit se faire par des systèmes étanches. Les suggestions mentionnées dans cet article présentent un compromis nécessaire pour la protection du travail. Comme les analyses de présence du quartz sont faussées par la présence de plâtre, l'article mentionne des méthodes pour contourner la difficulté.

Biblio. : 9 réf.

IND. **D 710** Fiche n. **64.270**

J.F. RAFFOUX. Le boulonnage des terrains à fortes déformations : l'exemple de la mine d'Haverlahwiese. — **Industrie Minérale. Mines,** 1975, n° 5, p. 465/473, 13 fig., 2 tabl.

Etude d'un cas peu commun d'utilisation du boulonnage à la mine de fer d'Haverlahwiese (RFA), où la méthode d'exploitation par blocs foudroyés et soutirés entraîne des déplacements et des variations de contrainte responsables de fortes déformations dans les galeries. Après différents essais décevants de types de soutènement par cintres rigides et coulissants et essai d'une section quadrangulaire, le boulonnage avec revêtement continu par grillage a donné des résultats satisfaisants. Examen des déformations autour des voies boulonnées : description d'une section de mesures, analyse qualitative de l'évolution des déformations, amplitude des déformations et répartition dans le terrain. Rôle du boulonnage et du grillage. Interprétation de la vie du boulon et du grillage par l'étude de l'évolution des déformations au cours des différentes phases de l'exploitation.

IND. **D 73** Fiche n. **64.239**

J. TABARY. Du stockage souterrain pétrolier aux revêtements d'ouvrages en intrados — **Tunnels et Ouvrages Souterrains,** 1975, sept.-octobre, p. 191/192, 3 fig.

Application de la technique du procédé d'étanchéité artificielle de réservoir souterrain, pour le stockage du pétrole, à des revêtements de tunnels ou à des galeries d'eaux souterraines permettant de contenir les eaux environnant l'ouvrage et d'empêcher qu'elles ne pénètrent dans la galerie. Ce procédé consiste à revêtir les parois des galeries souterraines formant réservoir d'un béton (pour régulariser la surface) et ensuite de larges films ou feuilles de matières plastiques appliquées par collage à froid sur le béton. Qualités mécaniques du matériau plastique. Réalisation du collage. L'espace cellulaire, entre le béton et les films ou feuilles de matière plastique, peut jouer le rôle de drain.

E. TRANSPORTS SOUTERRAINS

IND. **E 26** Fiche n. **64.307**

X. Urethane tire filling keeps trucks rolling in Louisiana salt mine. *Le remplissage des pneus à l'uréthane maintient les camions en roulement dans une mine de sel de Louisiane.* — **Pit and Quarry,** 1975, février, p. 99/100, 2 fig.

Problèmes d'entretien des pneus dans cette mine où la roche est dure et coupante. Par l'injection d'uréthane sous pression et sous forme liquide, la vie des pneus est prolongée et on réduit les temps d'arrêts dus aux crevaisons. Solidification du produit après 24 h. Les dimensions des pneus restent inchangées après traitement, et leur comportement est identique à celui des pneus gonflés à l'air. L'uréthane est un produit distribué par Goodrich et est connu sous le nom de Tyrfil.

IND. **E 53** Fiche n. **64.241**

CHARBONNAGES DE FRANCE. Transports et télécommunications aux Houillères de Provence. — **Charbonnages de France. Publications Techniques,** 1975, n° 6. **Charbonnages de France. Note Technique,** 1975, n° 2., 11 p., 18 fig.

Suite à la concentration des Houillères de Provence sur un siège unique, les produits sont transportés sur une desserte unique par convoyeurs à câbles suspendus et par couloirs roulants. Ces installations automatisées sont contrôlées par télévigile. Le transport du personnel et du matériel s'effectue par engins sur pneus. Il est indispensable d'avoir des moyens de communication avec les équipes mobiles chargées de la surveillance des installations et de pouvoir les joindre en n'importe quel point de leur champ d'action. Ces problèmes de liaison ont été résolus par

utilisation de X et Y Phones (Cerchar) et de câbles guides d'ondes (INIEX-Delogne). Les transmissions entre point fixe Y phone (télévigile) et patrouilleurs avec X phone sont extrêmement satisfaisantes sur les 000 m du parcours. Les liaisons entre X phones sont bonnes jusqu'à 1600 m à condition de se tenir entre ,50 m et 0,80 m du câble guide d'ondes. Résultats et conclusions : rapidité d'intervention en cas de panne, sécurité améliorée, meilleure utilisation du personnel.

F. AERAGE — ECLAIRAGE HYGIENE DU FOND

IND. **F 24** Fiche n. **64.245**

. DÜPRE. 25 Jahre Grubengasabsaugung im Saarrevier. *25 années de captage du grisou dans les mines de la Sarre.* — **Glückauf,** 1975, 18 décembre, p. 1162/1167, 7 fig., 1 tabl.

C'est en 1948, avec le creusement d'un traçage dans une veine supérieure à la veine exploitée, que commença le captage du grisou dans la région de la Sarre. Malgré la fermeture de nombreux charbonnages, dans les dernières années, une quantité toujours croissante de gaz a pu être récupérée et utilisée. En 1971, les mines de la Saarbergwerke AG produisaient déjà 30 % de la production de gaz de mine de la RFA. Le captage du grisou, nécessaire pour la sécurité des exploitations, se rentabilise progressivement par des utilisations diverses : industrielles, aux charbonnages... C'est ainsi que depuis 1948, 2200 millions de m^3 de méthane ont été valorisée, soit 2,5 millions de t d'équivalent en charbon. Chaque année, la production du grisou de la Saarbergwerke AG représente 4 fois sa propre consommation.

Biblio. : 12 réf.

IND. **F 24** Fiche n. **64.295**

.G. JOHNSON. Extraction and utilisation of drained mine gas. *Extraction et utilisation du grisou capté* — **Colliery Guardian,** 1976, janvier, p. 0/13.

Débouchés possibles du grisou : production de vapeur, chauffage de l'eau, production d'électricité à la mine ; vente à des consommateurs. Examen du captage du grisou : emplacement des sondages, longueur, inclinaison, longueur de la partie tubée, scellement de cette partie, contrôle : du débit, de l'extraction, de la qualité. Examen de l'emploi du gaz dans les chaudières du charbonnage et de l'emploi alternatif du CH_4 et d'autres combustibles solides, liquides et gazeux (propane, butane). Avantages et inconvénients. Equipement des chaudières en tenant compte des considérations précédentes. Considérations pratiques.

IND. **F 31** Fiche n. **64.276**

H. MEERBACH. Fortschritte der Forschung auf dem Gebiet des Schutzes gegen Kohlenstaubexplosionen unter Tage. *Progrès de la recherche dans le domaine de la protection contre les explosions de poussières du charbon dans les mines.* — **Der Kompass,** 1975, décembre, p. 430/433.

Importance du danger d'explosion de poussières de charbon dans les conditions d'exploitation des mines en Allemagne. Mesures de précautions pour empêcher les coups de grisou, l'explosion de poussières et, dans une plus large mesure, d'empêcher la propagation éventuelle d'une explosion. Explication de la formation du CH_4 dans les exploitations en gradins et le danger qui en résulte. Problème de corrosion et résultat du procédé d'agglomération des poussières par des sels hygroscopiques. Développement et essais de barrages d'eau à auges comme moyen idéal pour entraver la propagation d'explosion. Cependant, certaines restrictions sont énumérées : il faut disposer d'un minimum de force d'explosion, d'une longueur suffisante de la voie. Possibilités et problèmes des barrages commandés par des détecteurs. Dangers que représentent les vapeurs d'explosions et nécessité pour les mines allemandes de se maintenir continuellement au plus haut niveau technologique et scientifique

IND. **F 91** Fiche n **64.275**

G. LEVIN. Lärmentwicklungen und Handhabungssicherheit von Bohrhämmern. *Développement des bruits et sécurité de maniement des marteaux perforateurs.* — **Der Kompass,** 1975, décembre, p 416/420, 9 fig.

Après un long rappel des conditions d'agréations dans le domaine du marteau perforateur, l'article énonce les mesures à prendre pour diminuer les bruits et présente les avantages d'un silencieux intégré à l'appareil vis-à-vis des silencieux extérieurs. Quelques considérations sur les tendances du développement de ces engins : au-dessus de 30 kg, les marteaux perforateurs seront actionnés hydrauliquement ; dans certains cas, on utilisera un combiné (moteur-pneumatique) et dans un avenir encore plus lointain on équipera même les plus petites machines du système hydraulique. Ce n'est qu'ainsi qu'on parviendra à descendre en dessous de 100 dB. Quelques remarques à propos de la sécurité de maniement.

I. PREPARATION ET AGGLOMERATION DES COMBUSTIBLES

IND. **I 340** Fiche n. **64.299**

R.E. ZIMMERMAN. The use of heavy media processes. *Les procédés en milieu dense.* — **World Coal,** 1976, janvier, p. 17/18, 1 tabl.

Article court sur l'emploi de la magnétite (le produit le plus communément employé) pour la séparation du charbon de ses impuretés en milieu dense. Les principaux avantages de la magnétite ou du ferro-silicium sont la possibilité de travailler avec un large éventail de densité et la récupération de ces 2 produits. L'emploi de la magnétite pose des problèmes : difficultés de l'approvisionnement de la magnétite dans certaines régions — son prix élevé — l'obtention de la finesse désirée. Propriétés rhéologiques des milieux denses stabilisés par des polymères et bentonites ; influence de la viscosité du milieu dense pour la séparation des produits de densité égale ou presque égale à celle du milieu — influence des produits anioniques et nonioniques pour réduire la viscosité et obtenir une suspension stable — avantages du xanthan (biopolymère). Examen des nouvelles techniques . épaississeur « Enviroclear ». Centrifugeuse pour le séchage du charbon sans égouttage préalable — par flottation, récupération de la pyrite et ensuite lavage du charbon.

K. CARBONISATION

IND **K 10** Fiche n. **64.264**

K.G. BECK. Technique de la cokéfaction 1975. — **Industrie Minérale,** 1975, décembre, p. 550/555.

Exposé de synthèse résumant les travaux des états membres, présentés aux journées d'information de la Commission des Communautés Européennes, à Luxembourg en mai 1975. Les points suivants sont examinés : critère de qualité du coke sidérurgique, buts de la recherche et du développement de la technique de cokéfaction — élargissement de la base des charbons convenant pour la fabrication de coke sidérurgique — amélioration et développement de la production de coke de haut fourneau — épuration du gaz et production de substances de valorisation du charbon. Considérations finales.

Biblio 10 réf.

M. COMBUSTION ET CHAUFFAGE

IND. **M 6** Fiche n. **64.30**

E.W. STEARN. The future for fly ash. *L'avenir de cendres volantes.* — **Rock Products,** 1975, févrie p. 46/48, 2 fig.

Ce qui était une nuisance pour les centrales e l'environnement est devenu un produit valorisable Emploi dans la construction des routes (jusque 30 % de ciment sont remplacés par des cendres volantes) fabrication de pouzzolane artificiel, agrégats d cendres volantes, fabrication de blocs de béton fabrication du ciment, du clinker, dans la constructio de matériaux incombustibles, magnétite artificiell pour le lavage du charbon, dans la cuisson du laitie de ciment.

O. VALORISATIONS DIVERSES ET INDUSTRIES CHIMIQUES DERIVEES DE L'INDUSTRIE CHARBONNIERE

IND. **O 3** Fiche n **64.29**

R. OBERKOBUSCH. Der Steinkohlenteer und sein Bedeutung als Chemierohstoff. *Le goudron de houill et sa valeur en tant que matière brute chimique.* — **Erdöl und Kohle,** 1975, décembre, p. 558/562, fig., 1 tabl.

Demande toujours accrue du goudron de houill par les industries d'aluminium et chimiques. Il y a 1 ans, ces matières premières brutes trouvaient leur applications dans la construction des routes et dans l production d'énergie. L'essentiel de l'écoulement de matières brutes de goudron de houille se trouve dan les domaines des produits à haute teneur en carbon et, en particulier, dans la chimie aromatique. C'es encore la seule matière première économique de bas pour les aromatiques polycycliques et pour les pro duits chimiques hétérocycliques primaires. Les huile aromatiques jouent un rôle très important en tan qu'huile d'imprégnation, dans le domaine de la pro tection du bois. Les brais du goudron de houille son actuellement des matériaux indispensables à la fabr cation d'électrodes employées dans l'industrie d l'aluminium, et également dans les aciéries électr ques. En développant et en adaptant les procédé actuels de traitement, il sera possible d'utiliser de produits liquides dérivatifs des technologies future de transformation du charbon, en tant que matièr première chimique.

Biblio. : 2 réf.

P. MAIN-D'ŒUVRE — SANTE SECURITE — QUESTIONS SOCIALES

IND. **P 10** Fiche n. **64.238**

. RAMEL et C. BERENGUIER. La sécurité des usagers dans les tunnels routiers. — **Tunnels et Ouvrages Souterrains,** 1975, septembre-octobre, p. 186/190, 8 fig.

Les actions nécessaires à entreprendre se situent à niveaux. Sécurité au niveau du projet : géométrie de l'ouvrage — tracé et accès, profils en travers — largeur roulable — espace entre le bord de la largeur roulable et les pieds-droits, aménagements intérieurs — garages — by-pass — galeries de retournement — aires de services aux entrées — ventilation — éclairage — alimentation électrique. Sécurité au niveau de l'exploitation : entretien de l'ouvrage au point de vue génie civil et équipements, règlements de circulation, interventions rapides en cas de congestion du trafic, accident, incendie, travaux.
Biblio. : 3 réf.

IND. **P 23** Fiche n. **64.283**

. CHERADAME. Die Ausbildung der Ingenieure in Frankreich. *La formation des ingénieurs en France* — **Erzmetall,** 1975, décembre, p. 539/544

L'école polytechnique supérieure de Karlsruhe a été fondée en 1825 par quelques citoyens du duché de Bade, parmi lesquels Johann Tulla. En 1801, celui-ci avait fait la connaissance de l'« Ecole Polytechnique » française qui lui servait de modèle. Pour cette raison, l'auteur, recteur émérite de cette haute école, a été invité à prononcer le discours solennel à l'occasion du 150e anniversaire de l'école polytechnique supérieure de Karlsruhe. Le discours part de la fondation de l'« Ecole Polytechnique » et il explique le développement de la formation des ingénieurs en France. C'est ainsi que quelques différences importantes entre la formation française et la formation allemande sont mises en évidence
Résumé de la Revue

Q. ETUDES D'ENSEMBLE

IND. **Q 1122** Fiche n. **64.243**

. CARIVEN et C. DAUMALIN. Longues tailles à hautes performances. Siège de La Houve (Lorraine). — **Charbonnages de France. Bulletins Techniques,** 1975, n° 6, p. 301/335, 19 fig.

Caractéristiques du gisement. Structure et équipement général du siège : 2 puits d'entrée d'air (skip et matériel, personnel), 2 puits de retour d'air (ventilateur unique). Chargement du charbon : convoyeurs à bande de 1000 mm de largeur et berlines de 12 m³ Méthode d'exploitation : tailles montantes à foudroyage intégral et rabattantes. Equipement des tailles actuelles : mise au point du soutènement mécanisé et, à partir de 1972, mise en place de la commande automatique séquentielle « bank control » pour le ripage des piles — mise au point de la technique d'abattage (haveuse bi-directionnelle à double tambour) — résultats et dispositifs de lutte contre les poussières — déblocage en taille et hors taille. Réseau hydraulique et électrique. Méthodes de travail en tailles et aux extrémités de tailles, havage, ripage, déplacement des piles. Transport du matériel Résultats obtenus. Avenir des longues tailles.

IND. **Q 117** Fiche n. **64.248**

B. HARALD. Bergbau und Energiewirtschaft in Südafrika. *Industrie minière et économie énergétique en Afrique du Sud.* — **Glückauf,** 1975, 18 décembre, p. 1179/1193, 8 fig., 8 tabl.

L'article s'appuie sur de nombreuses publications et sur des analyses d'experts allemands. En outre, l'auteur donne ses impressions d'un voyage récent. Après une description du pays et de ses habitants, il retrace l'évolution de l'économie. Les réserves aurifères sont évaluées à environ 14,2 Mio.kg, soit 50 % de la réserve mondiale, mais il y a des problèmes de main-d'œuvre. En uranium, 200.000 t sont exploitables pour un prix atteignant 26 $/kg et même 300.000 t pour un prix atteignant 39 $/kg. Les ressources en cuivre sont évaluées à 5 Mio.t et en diamant à 55 Mio. de carats. En 1974, on a exploité 66 Mio.t de charbon pour une valeur de 200 millions de rands (1 rand = environ 45 FB). Les réserves totales s'élèveraient à 44 milliards de t. Les installations Sasol, de gazéification et de liquéfaction du charbon, suppléent au manque de pétrole L'article donne encore des détails sur l'exportation du charbon, la consommation d'énergie, de pétrole et d'électricité et prévoit un avenir brillant pour l'industrie du charbon

IND. **Q 117** Fiche n **64.296**

H.E. COLLINS. A mining engineer visits the People's Republic of China. *Un ingénieur des mines visite la République Populaire de Chine* — **Colliery Guardian,** 1976, janvier, p. 23/30, 1 fig.

L'industrie charbonnière en Chine — Présence de charbon dans presque toutes les provinces —

Principaux bassins houillers — Production estimée à 450 Mio.t/an. Réserves 10^{12} t. Description succincte au point de vue géologie, méthodes d'exploitation et production des gisements de charbon des provinces de Shansi (mines de Yangquan), de Hopei (mines de Kailan) et de Liaoning. Dans cette dernière province, description de la plus grande exploitation à ciel ouvert des mines de Fushun, où le charbon (veines de 8 à 120 m d'ouverture) sera exploité jusqu'à 500 m de profondeur et où la couverture contient des schistes bitumineux de 90 m d'épaisseur, qui sont exploités séparément et traités dans une installation implantée au N-E de l'exploitation. Activités culturelles. Bref aperçu sur l'habitat et le travail des pensionnés.

IND. **Q 123** Fiche n. **64.247**

H. SCHADE. Die Ölschiefergrube Messel bei Darmstadt. *Les schistes bitumineux de Messel près de Darmstadt.* — **Glückauf,** 1975, 18 décembre, p. 1172/1176, 5 fig.

Par suite du manque d'objectivité de certaines publications, il est nécessaire d'éclaircir la situation réelle de la mine Messel après sa fermeture de fin 1971. Après un exposé de sa situation géographique et de ses conditions géologiques, l'article retrace son historique pour en arriver à une explication du manque de rentabilité de l'exploitation. Plusieurs solutions de reconstitution de l'environnement sont envisagées, mais comme ces terrains renferment une richesse en fossiles, les chercheurs pourront disposer d'une vingtaine d'années pour leurs fouilles.

Biblio. . 7 réf

IND **Q 130** Fiches n. **64.265**

G. PERRINEAU. Evolution du prix des principaux métaux non ferreux, en France et aux USA, au cours des dernières années. — **Industrie Minérale,** 1975, décembre, p 557/558, 3 tabl.

Evolution des prix des principaux métaux non ferreux, en France et aux USA, pour la période 1969-1975, en exprimant ces prix dans une monnaie à pouvoir d'achat constant, c'est-à-dire en corrigeant les prix courants par l'indice du pouvoir d'achat interne de ces deux monnaies. Variation importante des prix des métaux non ferreux (+ 79 % pour le zinc, — 12 % pour le cuivre) et handicap énorme de producteurs situés hors de la zone dollar par rappo aux producteurs de la zone dollar.

IND. **Q 132** Fiche n. **64.28**

D. WOLFF. Technische und wirtschaftlich Entwicklung im Blei-Zinkerzbergbau. *Les développe ments techniques et économiques dans l'exploitatio des mines de plomb et de zinc.* — **Erzmetall,** 1975 décembre, p. 553/558, 13 fig., 4 tabl.

Problèmes d'approvisionnements en matières pre mières des grands pays industriels et en particulier d la RFA. En faisant fi de tous les détails, l'article retrac l'évolution économique et l'aspect actuel de l technique des mines en Allemagne. Ensuite, il donn quelques informations sur l'exploitation des mine dans des conditions très spéciales (en particulier e Arctique) puisque ces nouvelles sources de matière premières prennent de plus en plus d'importanc pour l'Allemagne.

Biblio. · 4 réf.

IND. **Q 132** Fiche n. **64.26**

J. BOUDROT. Mise en valeur des gisements sou terrains de bauxite dans l'Hérault. Une exploitatio difficile : la Rouquette. — **Industrie Minérale. Mi nes,** 1975, n° 5, p. 441/445, 3 fig.

Historique. En 1972 commence l'exploitation sou terraine des gisements de la cuvette de Villeveyrac reconnue par 603 sondages (116.000 m). Le bassi est constitué de terrains secondaires et tertiaires et l bauxite, qui s'est déposée pendant le crétacé inférieu et moyen sur le harst jurassique, se présente sou forme de lentilles isolées. Dans le secteur de l Rouquette, la bauxite est d'excellente qualité, mais l toit et le mur sont très irréguliers, de sorte que l couche devient une succession de poches d'amplitu des variables ; nombreux plans de glissement san direction privilégiée ; exhaure prévue de 110 m³/h Exploitation par chambres et piliers jusqu'en 197 et, suite à un effondrement de 3 hectares de quartie la méthode par foudroyage fut adoptée : l'effondre ment suit rapidement le torpillage des piliers ; l mauvaise tenue du toit exige le boulonnage et la mis en place du grillage. Conclusions.

ANNALEN DER MIJNEN VAN BELGIE

OFFICIEEL ORGAAN

van het Nationaal Instituut voor de Extractiebedrijven en van de Administratie der Mijnen

Uitgever : EDITIONS TECHNIQUES ET SCIENTIFIQUES
Borrensstraat, 35-43 - 1050 Brussel - Tel. (02) 640 10 40

BERICHT

De Annalen der Mijnen van België verschijnen maandelijks. In 1973 werden 1474 bladzijden tekst alsmede talrijke tabellen buiten tekst gepubliceerd.

Het Nationaal Instituut voor de Extractiebedrijven neemt de taak van het bestuur en de redactie van het tijdschrift op zich. Dit laatste vormt een wezenlijk arbeidsinstrument voor een groot aantal nationale bedrijven dank zij het verspreiden en het algemeen bruikbaar maken van een zeer rijke documentatie :

1) Zeer recente statistieken betreffende België en de aangrenzende landen.

2) Originele memories, gewijd aan al de problemen van de extractieve nijverheden, de kolen- en de ijzer- en staalnijverheid, de chemische nijverheid en andere, onder haar veelvoudige technische, economische, sociale, statistische en financiële aspekten.

3) Regelmatige verslagen — principieel jaarlijkse — opgesteld door bevoegde personaliteiten, betreffende bepaalde grote problemen zoals de mijntechniek in 't algemeen, de veiligheid in de mijnen, de mijnhygiëne, de evolutie van de sociale wetgeving, de statistiek van de mijnen, van de groeven, van de ijzer- en staalnijverheid, van de agglomeratenfabrieken voor België en aangrenzende landen, de toestand van de steenkolennijverheid over de gehele wereld enz.

4) Vertalingen, samenvattingen of ontledingen van aan buitenlandse tijdschriften ontleende artikelen.

5) Een bibliografische inhoudsopgave, opgesteld na grondig onderzoek van alle publicaties ter wereld die betrekking hebben op de door de Annalen der Mijnen behandelde onderwerpen.

Elk artikel wordt voorafgegaan van een beknopte samenvatting in 't Frans, in 't Nederlands, in 't Duits en in 't Engels.

De abonnees van de « Annalen der Mijnen » bekomen insgelijks, kosteloos en op aanvraag, de door het Nationaal Instituut voor de Extractiebedrijven opgestelde technische tijdschriften : « Mijnen en Groeven », « Valorisatie en Aanwending van Brandstoffen ». Het volstaat een aanvraag te richten tot NIEB, rue du Chéra 200, Liège.

* * *

N.B. — *Men abonneert zich door de som van 1.548 F (BTW inbegrepen) (1.660 BF voor het buitenland) over te schrijven op de postrekening n° 000-0104829-69 van « Editions Techniques et Scientifiques », Borrensstraat 35-43 te 1050 Brussel.*

Alle abonnementen nemen aanvang van 1 januari af.

Men bekomt, kosteloos en op aanvraag, de publiciteitstarieven alsmede een proefaflevering.

ANNALES DES MINES DE BELGIQUE

ORGANE OFFICIEL

de l'Institut National des Industries Extractives et de l'Administration des Mines

---

Editeur : EDITIONS TECHNIQUES ET SCIENTIFIQUES
rue Borrens 35-43 - 1050 Bruxelles - Tél. (02) 640 10 40

NOTICE

Les « Annales des Mines de Belgique » paraissent mensuellement. En 1973, 1474 pages de texte, ainsi que de nombreuses planches hors texte, ont été publiées.

L'Institut National des Industries Extractives assume la direction et la rédaction de la revue. Celle-ci constitue un véritable instrument de travail pour une partie importante de l'industrie nationale en diffusant et en rendant assimilable une abondante documentation :

1) Des statistiques très récentes, relatives à la Belgique et aux pays voisins.

2) Des mémoires originaux consacrés à tous les problèmes des industries extractives, charbonnières, métallurgiques, chimiques et autres, dans leurs multiples aspects techniques, économiques, sociaux, statistiques, financiers.

3) Des rapports réguliers, et en principe annuels, établis par des personnalités compétentes, et relatifs à certaines grandes questions telle que la technique minière en général, la sécurité minière, l'hygiène des mines, l'évolution de la législation sociale, la statistique des mines, des carrières, de la métallurgie, des cokeries, des fabriques d'agglomérés pour la Belgique et les pays voisins, la situation de l'industrie minière dans le monde, etc...

4) Des traductions, résumés ou analyses d'articles tirés de revues étrangères.

5) Un index bibliographique résultant du dépouillement par INIEX de toutes les publications paraissant dans le monde et relatives à l'objet des Annales des Mines.

Chaque article est accompagné d'un bref résumé en français, néerlandais, allemand et anglais.

Les abonnés aux « Annales des Mines » peuvent recevoir **gratuitement** les Bulletins Techniques de l'Institut National des Industries Extractives (INIEX) : « Mines et Carrières », « Valorisation et Utilisation des Combustibles », « Polymères ». Les demandes sont à adresser à INIEX rue du Chéra 200, 4000 Liège.

* * *

N.B. — *Pour s'abonner, il suffit de virer la somme de 1.548 F (TVA incluse) (1.660 FB pour l'étranger) au compte de chèques postaux n° 000-0104829-69 des Editions Techniques et Scientifiques, rue Borrens 35-43 - 1050 Bruxelles.*

Tous les abonnements partent du 1er janvier.

Tarifs de publicité et numéro spécimen gratuit sur demande.

Imprimerie Robert LOUIS, s.p.r.l., rue Borrens 35-43, 1050 Bruxelles
Drukkerij Robert LOUIS, p.v.b.a., Borrensstraat 35-43, 1050 Brussel